

ROČNÍK/VOL. LXV  
ROK/YEAR 2012

6

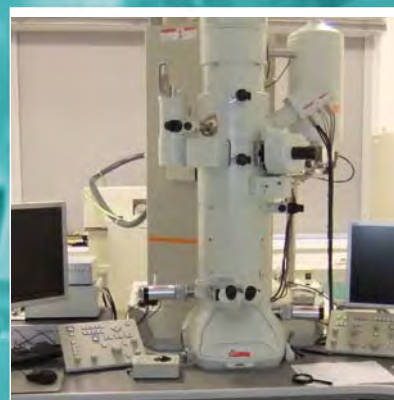


# Hutnické listy

METALLURGICAL  
JOURNAL

ODBORNÝ ČASOPIS PRO METALURGIÍ A MATERIÁLOVÉ INŽENÝRSTVÍ  
PROFESSIONAL PERIODICAL FOR METALLURGY AND MATERIAL ENGINEERING

WWW.HUTNICKELISTY.CZ  
ISSN 0018-8069



**RMTVC**  
Regionální materiálové technologické  
výzkumné centrum

### Vydavatel

OCELOT s.r.o.  
Pohraniční 693/31  
706 02 Ostrava-Vítkovice  
IČO 49245848, DIČ CZ49245848  
Registrace v obchodním rejstříku Krajského  
soudu v Ostravě, oddíl C, vložka 30879

### Redakce, kontaktní adresa

OCELOT s.r.o.  
Redakce časopisu Hutnické listy  
areál VŠB – TU Ostrava, A 534  
17. listopadu 15/2127  
708 33 Ostrava-Poruba  
www.hutnickelisty.cz  
www.metallurgicaljournal.eu

### Vedoucí redaktor

Ing. Jan Počta, CSc.  
☎ 596995156  
e-mail: redakce@hutnickelisty.cz  
j.pocta@seznam.cz

### Redaktorka

Jaroslava Pindorová  
e-mail: jaroslava.pindorova@seznam.cz

### Redakční rada

#### Předseda:

Prof. Ing. Ludovít Dobrovský, CSc., Dr.h.c.,  
VŠB-TU Ostrava

#### Členové:

Ing. Michal Baštinský, EVRAZ VÍTKOVICE  
STEEL, a.s.  
Ing. Karol Hala, U.S. Steel Košice, s.r.o.  
Prof. dr. hab. inž. Leszek Blacha,  
Politechnika Śląska  
Prof. dr. hab. inž. Henryk Dyja, Politechnika  
Częstochowska  
Prof. Ing. Vojtěch Hrubý, CSc. Univerzita  
obraný  
Ing. Henryk Huczala, TRINECKÉ  
ŽELEZÁRNÝ, a.s.  
Prof. Ing. František Kavička, CSc., VUT  
v Brně  
Ing. Ludvík Martínek, Ph.D., ŽĐAS, a.s.  
Prof. Ing. Karel Matocha, CSc.,  
MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ  
VÝZKUM s.r.o.  
Ing. Radim Pachlopník, ArcelorMittal  
Ostrava, a.s.  
Prof. Ing. Ludovít Parířák, CSc., ŽP VVC  
s.r.o.  
Ing. Jiří Petržela, Ph.D., VÍTKOVICE  
HEAVY MACHINERY, a.s.  
Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D., MATERIÁLOVÝ  
A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o.  
Ing. Vladimír Toman, Hutnictví železa, a.s.  
Prof. Ing. Karel Tomášek, CSc., TU  
v Košiciach

### Grafika záhlaví a podkladu na titulní straně

Miroslav Juřica,  
e-mail grafik@konstrukce.cz

### Tisk

T-print s.r.o., Průmyslová 1003, 739 65  
Třinec

### Registrační číslo

MK ČR E 18087

### Mezinárodní standardní číslo

ISSN 0018-8069

## O b s a h

úvodní slovo	5
výroba oceli	
prof. Ing. Karel Michalek, CSc., Ing. Karel Gryc, Ph.D., Ing. Markéta Tkadlečková, Ph.D., Ing. Ladislav Socha, Ph.D., prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc., doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D., doc. Ing. Rostislav Dudek, Ph.D., Ing. Monika Žaludová Ing. Silvie Rosypalová	7
<b>Aktuální výzkumné aktivity „Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi“ projektu RMTVC</b>	
Ing. Silvie Rosypalová, doc. Ing. Lenka Řeháčková, Ph.D., doc. Ing. Rostislav Dudek, Ph.D., prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc., doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D., prof. Ing. Ludovít Dobrovský, CSc., Dr.h.c., Ing. Monika Žaludová	15
<b>Vliv teploty a koncentrace SiO<sub>2</sub> na viskozitu roztavených oxidických systémů</b>	
tváření, tepelné zpracování	
Ing. Petr Kawulok, Ph.D., prof. Ing. Ivo Schindler, CSc., Bc. Radek Mendrok, Ing. Stanislav Rusz, Ph.D., Ing. Rostislav Kawulok	20
<b>Hodnocení deformačního chování oceli 42CrMo4 při tváření za tepla</b>	
Ing. Stanislav Rusz, Ph.D., prof. Ing. Eva Mazancová, CSc., prof. Ing. Ivo Schindler, CSc., Ing. Petr Kawulok, Ph.D., Ing. Rostislav Kawulok, Ing. Zdeněk Vašek, Ph.D., Ing. Pavel Šimeček, Ph.D.	25
<b>Vliv řízeného válcování a ochlazování na strukturu a mechanické vlastnosti C-Mn-V-B oceli</b>	
doc. Ing. Miroslav Greger, CSc., Ing. Jan Kaděra	30
<b>Vývoj struktury oceli ČSN 19 572 při kování na prodlužovacích strojích a na hydraulických lisech</b>	
Ing. Tomáš Kubina, Ph.D., prof. Ing. Jiří Kliber, CSc., Ing. Lenka Kunčická, Ing. Martina Berková, Ing. Jaromír Horsinka, Ing. Josef Bořuta, CSc.	36
<b>Využití plastometrických zkoušek pro stanovení disipace energie a znázornění procesních map</b>	
prof. Ing. Ivo Schindler, CSc., Ing. Richard Fabík, Ph.D., Ing. Stanislav Rusz, Ph.D., Ing. Petr Kawulok, Ph.D., Ing. Michal Cagala, Ing. Václav Šumšal, prof. RNDr. Vladimír Šima, CSc.	42
<b>Vliv válcovací rychlosti na technologickou tvařitelnost a strukturu aluminidu železa typu Fe-40Al-Zr-B</b>	
výroba trubek	
Ing. Petr Unucka, Ph.D.	48
<b>Laboratorní zařízení pro výzkum technologických procesů válcování bezešvých trubek</b>	
Ing. Vladislav Kurka, Ph.D., Ing. Petr Unucka, Ph.D., Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D., Ing. Zbyněk Hudzieczek, doc. Ing. Jiří Cienčila, CSc.	53
<b>Poloprovozní ověření výroby žárupevné oceli s 10 % Cr pro trubky tepelných elektráren</b>	
materiálové inženýrství	
prof. Ing. Eva Mazancová, CSc., prof. Ivo Schindler, CSc., Ing. Michal Cagala	58
<b>Vliv chemického složení tří typů vysokomanganové oceli na vybrané vlastnosti</b>	
Ing. Ladislav Kander, Ph.D., Ing. Petr Čížek, Petr Foltýnek, Ing. Petr Pustějovský, Ph.D.	62
<b>Únavové vlastnosti oceli používané pro nízkotlaké části svařovaných rotorů</b>	
Ing. Ondřej Životský, Ph.D., RNDr. Ing. Aleš Hendrych, Ph.D., Ing. Ladislav Klimša, Ing. Yvonna Jirásková, Ph.D.	66
<b>Povrchové a objemové magnetické vlastnosti FeSiNbCuB pásků typu FINEMET</b>	
doc. Dr. Ing. Michal Lesňák, prof. Ing. Jaromír Pištora, CSc., RNDr. František Staněk, Ph.D.	71
<b>Modelování permanentních magnetů na bázi Halbachových řad</b>	
neželezné kovy a slitiny	
prof. Ing. Jaromír Drápala, CSc., prof. Ing. Miroslav Kurša, CSc., doc. Ing. Miroslav Greger, CSc., Ing. Ivo Szurman, Ph.D., Ing. Silvie Brožová, Ph.D., Ing. Jitka Malcharcziková, Ph.D., Ing. Daniel Petlák, doc. Ing. Václav Néték, CSc., Ing. Zdeněk Noga, CSc., Ing. Michal Madaj, Ing. Martin Pohludka	75
<b>Vědecko-výzkumné aktivity oddělení přípravy materiálů v Regionálním materiálově technologickém výzkumném centru Ostrava</b>	
doc. Dr. Ing. Monika Losertová, Ing. Jan Juřica, Ing. Petr Štěpán, Ing. Ivana Petrářová, Ing. Kateřina Konečná, Ing. Vlastimil Matějka, Ph.D.	81
<b>Mechanické legování slitiny na bázi Ni<sub>3</sub>Al ve vodíku</b>	

Hlavní články v časopisu jsou uváděny v českém, slovenském nebo anglickém jazyce.

Časopis vychází 6x ročně. Cena jednotlivého čísla 200,- Kč. K ceně se připočítává DPH. Roční předplatné základní 1190,- Kč, studentské 20 % sleva proti potvrzení o studiu. Předplatné se zvyšuje o poštovné vycházející z dodávek každému odběrateli. Předplatné se automaticky prodlužuje na další období, pokud je odběratel jeden měsíc před uplynutím abonentního období písemně nezruší. Objednávky na předplatné přijímá redakce. Informace o podmínkách publikace, inzerce a reklamy podává redakce.

Za původnost příspěvků, jejich věcnou a jazykovou správnost odpovídají autoři. Podklady k tisku redakce přijímá v elektronické podobě. Recenzní posudky jsou uloženy v redakci. Žádná část publikovaného čísla nesmí být reprodukována, kopírována nebo elektronicky šířena bez písemného souhlasu vydavatele.

© OCELOT s.r.o., 2012  
ISSN 0018-8069

Časopis zařazen Radou vlády ČR pro výzkum a vývoj do seznamu recenzovaných neimpaktovaných periodik vydávaných v ČR.

Hlavní články jsou evidovány v mezinárodní databázi METADEX a ILLUSTRATA TECHNOLOGY, obě spravované firmou ProQuest, USA.

Abstrakty hlavních článků jsou evidovány v české, slovenské a anglické verzi na webových stránkách Hutnických listů.

*Ing. Jitka Malcharcziková, Ph.D., Ing. Martin Pohludka, Ing. Vlastimil Matějka, Ph.D., prof. Ing. Miroslav Kursa, CSc., Ing. František Filuš* **86**  
**Strukturní a fázová analýza Ni-Al-B slitin**

#### **ekologie, recyklace, druhotné zpracování materiálu**

*Ing. Věroslava Pěkníková, doc. Ing. Vladimír Tomášek, CSc., Ing. Miroslav Vaculík, doc. Ing. Daniela Plachá, Ph.D., Ing. Matěj Dvořáček* **90**

#### **Plynné produkty třecích procesů v brzdových systémech automobilů**

*prof. Ing. Zdeněk Klika, CSc., Ing. Ondřej Němček, Ing. Michal Cagala, doc. RNDr. Lucie Bartoňová, Ph.D., Ing. Zbyszek Szeliga, Ph.D., Ing. Jana Serencíšová* **96**

#### **Distribuce As a Hg při spalování uhlí**

#### **povrchová úprava**

*doc. Ing. Stanislav Lasek, Ph.D., Ing. & Ing. Nela Dobrovodská, Ing. Kateřina Skotnicová, Ph.D.* **100**

#### **Vlastnosti vybraných galvanických povlaků pro ochranu magnetů na bázi NdFe**

*RNDr. Miloš Vaníček, Ing. Karel Malaník, CSc.* **106**

#### **Aplikační možnosti techniky GDOS v povrchové analýze**

#### **zkušebnictví, měřictví, laboratorní metody**

*Ing. Monika Žaludová, doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D., Ing. Simona Zlá, Ph.D., prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc., Ing. Silvie Rosypalová, doc. Ing. Rostislav Dudek, Ph.D., prof. Ing. Karel Michalek, CSc., Ing. Karel Gryc, Ph.D., Ing. Markéta Tkadlečková, Ph.D., Ing. Petr Klus* **111**

#### **Studium systémů na bázi Fe-C-O pomocí metody DSC**

*doc. RNDr. Jaroslav Vlček, CSc., doc. Dr. Ing. Michal Lesňák, prof. Ing. Jaromír Pištora, CSc., RNDr. František Staněk, Ph.D.* **116**

#### **MO SPR – teorie a experimenty**

*Dr. Ing. Zdeněk Kuboň, Ing. Daniel Omacht, Zdeněk Kubánek, Jan Panna, Roman Doležal* **119**

#### **Stroj SPUTT 500 pro creepové zkoušky malých vzorků**

*Ing. David Hrabovský Ph.D., doc. Mgr. Kamil Postava, Ph.D.* **125**

#### **Infračervená spektroskopie povrchových oxidů na pásech orientované transformátorové oceli**

#### **počítačová simulace, výpočetní metody**

*Mgr. Marek Vindyš, Ing. Petr Unucka, Ph.D., Aleš Bořuta* **131**

#### **Vliv hustoty sítě konečných prvků na výsledky simulací tahové a krutové zkoušky**

#### **hutní výroba v ČR a SR**

**135**

#### **ze spolkové činnosti a odborných akcí**

**137**

#### **historie hutnictví**

**141**

#### **recenze**

**147**

#### **konference**

**150**

#### **hutnictví ve světě**

**152**

#### **Dodavatelé příspěvků ve všeobecné části :**

- Hutnictví železa, a.s. • VŠB-TU Ostrava, FMMI • MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. • Ing. Frank Wheeler, CSc. • Ing. RNDr. Bohumil Tesařík • prof. Ing. Ivan Lukáč, PhD. • doc. Ing. Radim Lenort, Ph.D., prof. Ing. Emilie Krausová, CSc. • Dopisovatelé • Redakce

#### **Inzerenti a objednatelé reklamy:**

- RMTVCV – Regionální materiálově technologické centrum

## C o n t e n t

<b>Steel Making</b>	
<i>Michalek, K. - Gryc, K. - Tkadlečková, M. - Socha, L. - Dobrovská, J. - Smetana, B. - Dudek, R. - Žaludová, M. - Rosypalová, S.</i>	7
<b>Current Research Activities of "Laboratory for Modelling of Processes in the Liquid and Solid Phases" of the Project RMSTC</b>	
<i>Rosypalová, S. - Řeháčková, L. - Dudek, R. - Dobrovská, J. - Smetana, B. - Dobrovský, L. - Žaludová, M.</i>	15
<b>Influence of Temperature and SiO<sub>2</sub> Concentration on Viscosity of Molten Oxide Systems</b>	
<b>Forming, Heat Treatment</b>	
<i>Kawulok, P. - Schindler, I. - Mendrok, R. - Ruzs, S. - Kawulok, R.</i>	20
<b>Evaluation of Deformation Behaviour of the Steel 42CrMo4 at Hot Forming</b>	
<i>Ruzs, S. - Mazancová, E. - Schindler, I. - Kawulok, P. - Kawulok, R. - Vašek, Z. - Šimeček, P.</i>	25
<b>Influence of Controlled Rolling and Cooling on Structure and Mechanical Properties of C-Mn-V-B Steel</b>	
<i>Greger, M. - Kaděra, J.</i>	30
<b>Development of Structure of the Steel ČSN 19 572 at Forging on Radial Forging Machines and on Hydraulic Presses</b>	
<i>Kubina, T. - Klíber, J. - Kunčická, L. - Berková, M. - Horsinka, J. - Bořuta, J.</i>	36
<b>Application of Plastometric Examinations for Assessment Dissipation Energy and Visualization Processing Maps</b>	
<i>Schindler, I. - Fabík, R. - Ruzs, S. - Kawulok, P. - Cagala, M. - Šumšal, V. - Šíma, V.</i>	42
<b>Influence of Rolling Speed on Technological Formability and Structure of Iron Aluminide of the Type Fe-40Al-Zr-B</b>	
<b>Tube Production</b>	
<i>Unucka, P.</i>	48
<b>Laboratory Equipment for Research of Technological Processes of Seamless Tube Rolling</b>	
<i>Kurka, V. - Unucka, P. - Pindor, J. - Hudzieczek, Z. - Cienčila, J.</i>	53
<b>Verification of Pilot Plant Production of Heat Resistant Steel with 10% Cr for Pipes for Thermal Power Plants</b>	
<b>Material Engineering</b>	
<i>Mazancová, E. - Schindler, I. - Cagala, M.</i>	58
<b>Influence of Chemical Composition of Three High Manganese Steel Types on Selected Properties</b>	
<i>Kander, L. - Čížek, P. - Foltynek, P. - Pustějovský, P.</i>	62
<b>Fatigue Properties of Steel Used for Low Pressure Parts of Welded Rotors</b>	
<i>Životský, O. - Hendrych, A. - Klimša, L. - Jirásková, Y.</i>	66
<b>Surface and Bulk Magnetic Properties of FINEMET-type FeSiNbCuB Ribbons</b>	
<i>Lesňák, M. - Pištora, J. - Staněk, F.</i>	71
<b>Modelling of Permanent Magnets Based on Halbach Lines</b>	
<b>Non-ferrous Metals and Alloys</b>	
<i>Drápala, J. - Kursa, M. - Greger, M. - Szurman, I. - Brožová, S. - Malcharcziková, J. - Petlák, D. - Nétek, V. - Noga, Z. - Madaj, M. - Pohludka, M.</i>	75
<b>Activities of the Department of Materials Preparation in the Regional Materials Science and Technology Centre in Ostrava</b>	
<i>Losertová, M. - Juřica, J. - Štěpán, P. - Petrášová, I. - Konečná, K. - Matějka, V.</i>	81
<b>Mechanical Alloying of Ni<sub>3</sub>Al Based Alloy in Hydrogen</b>	
<i>Malcharcziková, J. - Pohludka, M. - Matějka, V. - Kursa, M. - Filuš, F.</i>	86
<b>Structural and Phase Analysis of Ni-Al-B Based Alloys</b>	
<b>Environmental Protection, Recycling, Secondary Material Processing</b>	
<i>Pěkníková, V. - Tomášek, V. - Vaculík, M. - Plachá, D. - Dvořáček, M.</i>	90
<b>Gaseous Products of Friction Processes in Automotive Brake Systems</b>	
<i>Klíka, Z. - Němček, O. - Cagala, M. - Bartoňová, L. - Szeliga, Z. - Serencišová, J.</i>	96
<b>Distribution of As and Hg during the Coal Combustion</b>	
<b>Surface Treatment</b>	
<i>Lasek, S. - Dobrovodská, N. - Skotnicová, K.</i>	100
<b>Properties of Selected Galvanic Coatings for Protection of NdFe Based Magnets</b>	
<i>Vaníček, M. - Malaník, K.</i>	106
<b>Application Possibilities of GDOS Technique in Surface Analysis</b>	
<b>Testing, Measurement, Laboratory Methods</b>	
<i>Žaludová, M. - Smetana, B. - Zlá, S. - Dobrovská, J. - Rosypalová, S. - Dudek, R. - Michalek, K. - Gryc, K. - Tkadlečková, M. - Klus, P.</i>	111
<b>DSC Study of Fe-C-O Based System</b>	

*Víček, J. - Lesňák, M. - Pištora, J. - Staněk, F.*

**MO SPR - theory and experiments**

116

*Kuboň, Z. - Omacht, D. - Kubánek, Z. - Panna, J. - Doležal, R.*

**Small Punch Creep Testing Machine SPUTT 500**

119

*Hrabovský, D. - Postava, K.*

**Infrared Spectroscopy of Oxide Layer on Strips of Grain Oriented Electrical Steels**

125

**Computer Simulation, Computing Methods**

*Vindyš, M. - Unucka, P. - Bořuta, A.*

**Effect of Mesh Density on the FEM Simulations of Tensile and Torsion Test**

131

# výroba oceli

## Aktuální výzkumné aktivity „Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi“ projektu RMTVC

### Current Research Activities of "Laboratory for Modelling of Processes in the Liquid and Solid Phases" of the Project RMSTC

prof. Ing. Karel Michalek, CSc., prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc., Ing. Karel Gryc, Ph.D., doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D., Ing. Markéta Tkadlečková, Ph.D., doc. Ing. Rostislav Dušek, Ph.D., Ing. Monika Žaludová, Ing. Ladislav Socha, Ph.D., Ing. Silvie Rosypalová, RMTVC, VŠB-Technická univerzita Ostrava

*Laboratoř modelování procesů v tekuté a tuhé fázi vznikla v rámci řešení projektu Regionální materiálově technologické výzkumné centrum (RMTVC). Skládá se z týmů Katedry metalurgie a slévárnictví a Katedry fyzikální chemie a teorie technologických pochodů Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství (FMMI) Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava. Vzhledem k potřebám průmyslových partnerů se její činnost zaměřuje na studium procesů souvisejících především s výrobou, odléváním a tuhnutím oceli. Spolupráce s hutními podniky je založena jednak na základě společně řešených projektů či formou individuálních zakázek. Díky kvalitnímu unikátnímu přístrojovému vybavení (vysokoteplotní zařízení pro termickou analýzu, viskozimetr a SW ProCAST) pořízeném při řešení projektu RMTVC a interdisciplinární spolupráci obou kateder již byly úspěšně prověřeny teploty likvidů a solidů jakostí ocelí, vyráběných jak plynulým odléváním, tak ingotovou cestou. Dále jsou realizovány numerické simulace vedoucí k optimalizaci výroby velkých kovářských ingotů. V listopadu 2012 bude instalována a následně zprovozněna poslední investice – Fyzikální model pro modelování metalurgických procesů při výrobě, zpracování a tuhnutí oceli. Celá řada získaných poznatků byla a je průběžně publikována mj. také v impaktovaných časopisech. V předkládaném příspěvku jsou shrnuty nejzajímavější vědecké výstupy za dosavadní činnost Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi.*

*Laboratory for Modelling of Processes in the Liquid and Solid Phases was formed within the frame of solution of the project aimed at establishment of the Regional Materials Science and Technology Centre (RMSTC) at the VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Metallurgy and Materials Engineering in the Czech Republic. The scientific team consists of the following members: Department of Metallurgy and Foundry and Department of Physical Chemistry and Theory of Technological Processes. Its activity is devoted to studies of processes mainly related with refining, casting and solidification of steel. The cooperation with metallurgical companies is based both on the jointly solved projects or on individual contracts. The high-quality and unique equipment (high-temperature devices: thermal analysis devices, viscometer and software ProCAST) acquired during solution of the project RMSTC and interdisciplinary cooperation between the two mentioned departments is utilized in the applied research activities.*

*The team of the Laboratory during its 1.5 years long existence presented more than 35 publications. The results of our applied research are used during currently solved projects (2) and realized contracts (3). The viscosity of six-component slag like oxidic system was experimentally studied by Anton Paar Rheoplus viscometer and the numerical model for rheological properties of such multicomponent systems is now being developed.*

*Focused on liquidus and solidus temperatures of industrially produced steels, more than 50 measurements on different thermo-analytical devices and methods with different masses of steel samples were done. The obtained results were and are intensively used for optimising the steelmaking processes directly in steel plants and/or as input data for numerical simulations of steel solidification processes.*

*Numerical simulations in development are thus focused mainly on optimisation of production of heavy forging ingots. The temperature field in ingot and on the surface of the mould was compared and adjusted on the basis of plant measurements realized by thermo camera. The thermal capacity of mould material was studied. Also, the comparison of solidus and liquidus temperatures with the results based on computational methods (commonly used equations and thermal databases) was done. The porosity and macro segregation phenomena in heavy ingots are studied too. The Laboratory for Modelling of Processes in the Liquid and Solid Phases is the workplace where it is possible to realize a lot of applied results in cooperation with industrial partners, not only in the field of steelmaking processes.*

Laboratoř modelování procesů v tekuté a tuhé fázi vznikla v roce 2010 v rámci projektu Regionální materiálově technologické výzkumné centrum (RMTVC). Je součástí 6. výzkumného programu „Experimentální ověřování nových technologických postupů u kovových materiálů s vyššími kvalitativními parametry“.

V Laboratoři dochází k úspěšné spolupráci mezi odborníky z příbuzných vědních oborů, především pak z oblasti technologie výroby oceli a teorie technologických pochodů. V současnosti probíhající práce jsou zcela v souladu s původním záměrem, který byl deklarován např. v jednom z předcházejících čísel Hutnických listů [1].

Za první rok a půl od pořízení v současnosti instalovaných investic vzniklo již více než 35 publikačních výstupů prezentovaných na odborném fóru formou přednášek či příspěvků v odborných i impaktovaných časopisech. Některé z nich jsou v současné době v tisku a vznikají další. Výsledky činnosti jsou využívány při řešení 2 projektů aplikovaného výzkumu, které jsou řešeny ve spolupráci s našimi průmyslovými partnery. Na základě zakázkové činnosti byly také zjištěny výsledky, které byly předány ve formě 3 výzkumných zpráv. Výsledky byly také využity při zpracovávání závěrečných prací studentů a začínají být implementovány do výuky odborných předmětů.

## 1. Aktivity probíhající v jednotlivých oblastech výzkumu

Hlavním cílem Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi je reagovat na aktuální potřeby trhu a zaměřit se na, v podmínkách ČR zatím ne příliš, komplexně řešenou problematiku technologie výroby, lití a tuhnutí oceli.

Jednotlivé oblasti zaměření Laboratoře lze definovat následovně:

- studium termofyzikálních vlastností tavenin kovů a strusek,
- optimalizace metalurgických procesů pomocí metod modelování (fyzikálního i numerického),
- spolupráce s aplikační sférou při návrhu, testování a zavádění nových technologií zpracování a odlévání tekuté oceli.

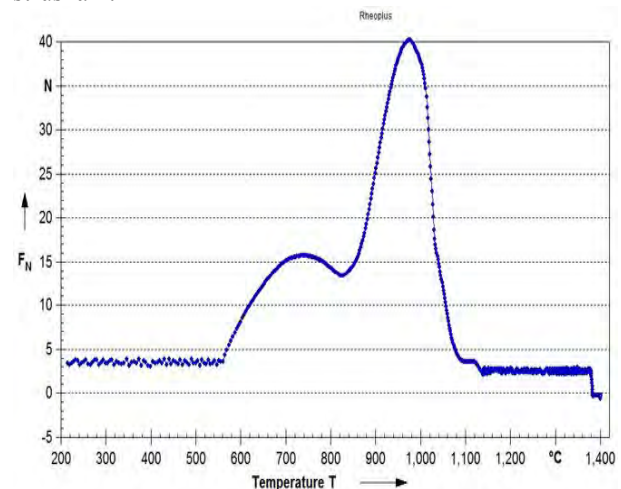
Na řešení výše uvedené problematiky jsou obě pracoviště velmi dobře připravená a mají značnou zkušenost s úspěšnou provozní aplikací experimentálních výsledků [2, 3, 4]. Níže jsou blíže rozvedeny činnosti související s jednotlivými pořízenými investicemi.

## 2. Viskozita metalurgických materiálů

Součástí Laboratoře je nově pořízené zařízení vysokoteplotní viskozimetr firmy Anton Paar Rheoplus. Viskozimetr je určen k experimentálnímu studiu viskozit oxidických a zejména struskových tavenin. Spolu s vědecko-výzkumným zázemím a odbornými kapacitami Katedry fyzikální chemie a teorie technologických pochodů bylo přistoupeno k experimentálnímu měření viskozity roztavených oxidických systémů, které tvoří základ metalurgických strusek. Jsou to systémy na bázi oxidů hliníku, křemíku a vápníku. Pro prezentaci výsledků byla vybrána soustava se složením  $\text{SiO}_2$  47,12 % –  $\text{CaO}$  36,92 % –  $\text{Al}_2\text{O}_3$  15,92 %). Studium viskozity probíhalo v různých teplotních režimech do teplot 1600 °C.

V první fázi experimentálního výzkumu byla sledována teplota tání a přechod systému ze stavu solidu do kapalné fáze. Tyto hodnoty byly zjištěny monitorováním normálových sil působících na vřeteno viskozimetru spuštěné na povrch zatuhlé taveniny (obr. 1).

Následně bylo zkoumáno newtonské chování těchto systémů. Ternární (laboratorně připravený) systém byl konfrontován s šestisložkovým systémem, jehož složení, uvedeno v tab. 1, se více přibližuje reálným struskám.



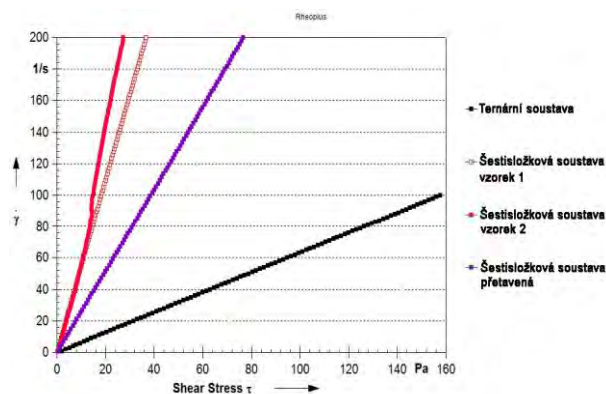
Obr. 1 Závislost normálové síly, působící na vřeteno, na teplotě zkoumaného ternárního systému

Fig. 1 Dependence of normal force (acting on the spindle) on the temperature of investigated ternary system

Tab. 1 Chemické složení šestisložkového systému  
Tab. 1 Chemical composition of six-component system

složka	$\text{SiO}_2$	$\text{CaO}$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{MgO}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{F}^-$
wt. %	41.452	32.402	13.966	1.899	5.698	4.581

Tento systém obsahoval mimo dominantní složky  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$  a  $\text{SiO}_2$  také minoritní přísady  $\text{MgO}$ ,  $\text{N}_2\text{O}$  a  $\text{F}^-$ . Kapalínu lze kategorizovat jako newtonskou nebo nenewtonskou na základě závislosti smykového napětí na smykové rychlosti. Tato závislost je znázorněna na obr. 2.



Obr. 2 Srovnání tokových křivek jednotlivých soustav při teplotě 1400 °C (závislost smykové rychlosti  $\dot{\gamma}$  na smykovém napětí  $\tau$ ).

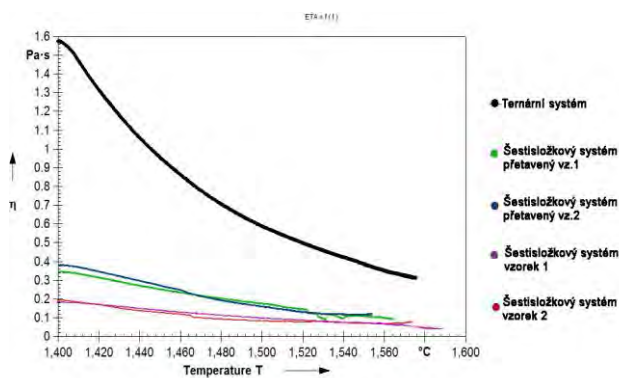
Fig. 2 Comparison of flow curves of particular systems at the temperature of 1400 °C. (dependence of the shear rate  $\dot{\gamma}$  on the shear stress  $\tau$ ).

V poslední fázi experimentů bylo přistoupeno k měření viskozity v teplotním intervalu 1400 – 1600 °C rychlostí ohřevu 3,3 °C.min<sup>-1</sup>. Optimální smyková rychlost byla zvolena 85 s<sup>-1</sup>. Teplotní závislosti zkoumaných systémů jsou znázorněny v obr. 3.

Před každou sérií experimentů bylo zařízení testováno na silikonových standardech při běžných teplotách a na skleněném standardu při teplotě 1200 °C.

Předložené výsledky představují pouze část rozsáhlého výzkumu oxidických tavenin, který zahrnuje především studium závislosti viskozit na teplotě a složení zkoumaných soustav. Další plánované experimentální studie budou zaměřeny na závislost viskozity na složení, zejména na obsahu SiO<sub>2</sub>. V současné době také probíhá snaha vytvořit funkční matematický model simulující reologické vlastnosti testovaných systémů.

Získané výsledky mají vysoký potenciál být efektivně využívány ve spojitosti s řešením konkrétních



Obr. 3 Závislost viskozity na teplotě ternárního a šestisložkových systémů během ohřevu.

Fig. 3 Dependence of normal force (acting on the spindle) on the temperature of investigated ternary system.

technologických aspektů, ale také v součinnosti s ostatními materiálovými daty poskytnout komplexní fyzikálně-chemickou databázi o zkoumaných materiálech.

### 3. Vysokoteplotní termická analýza

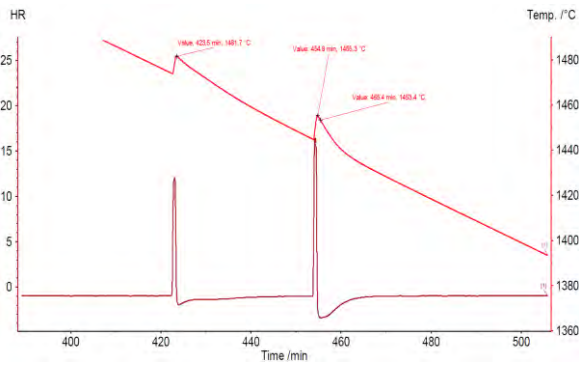
Touto problematikou se v rámci Laboratoře zabývá tým z obou zúčastněných kateder, což mj. významným způsobem přispívá k interdisciplinárnímu rozvoji jejich členů a má také nemalý pozitivní dopad na schopnost týmu rozvíjet danou problematiku jak na úrovni základního výzkumu, tak také v souvislosti s řešením úkolů souvisejících s praktickými aspekty reálné metalurgické výroby.

Na Katedře fyzikální chemie a teorie technologických pochodů je již v současné době spolehlivě využíván experimentální laboratorní systém Setaram SETSYS 18<sub>TM</sub> [5-8]. Nově byl pořízen přístroj Setaram MHTC a v rámci řešení projektu RMTVC zařízení Netzsch STA 449 F3 Jupiter. Experimentální možnosti těchto zařízení jsou blíže specifikovány v tab. 2.

Tab. 2 Experimentální parametry používaných zařízení dynamické termické analýzy  
Tab. 2 Experimental parameters of used systems for dynamic thermal analysis

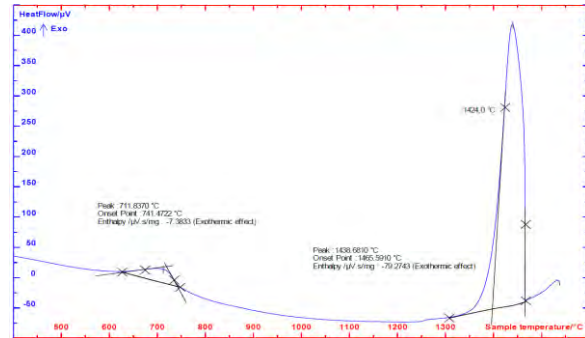
Parametry/Zařízení	Netzsch STA 449 F3 Jupiter	Setaram SETSYS 18 <sub>TM</sub>	Setaram MHTC
Experimentální metody	c-DTA – “vypočtená křivka“; TG/DTA; TG/DSC; TG	TG/DTA; TG/DSC; TG; TMA	HF DSC; DROP; DSC
Teplotní rozsah	+ 20 °C do + 2000 °C	+ 20 °C do + 1750 °C	+ 20 °C do + 1600 °C
Rychlost ohřevu/ochlazování	0.01 do 50 K.min <sup>-1</sup>	0.01 do 100 K.min <sup>-1</sup>	0.001 do 99 K.min <sup>-1</sup>
Teplotní programy	Lineární ohřev/ochlazování; izotermická výdrž; cyklování		
Hmotnost vzorků	Až do 30 g (35 g)	Až do 500 mg	HF DSC do 2.5 g DROP do 30 g
Atmosféra	Vakuum; inertní; reaktivní		
Typ Cp sensoru	Ploché DSC sensor		3D DSC sensor





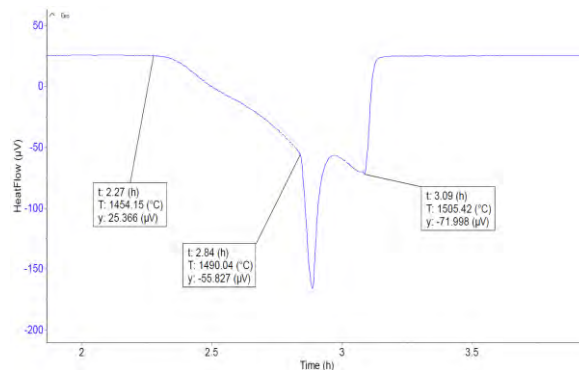
a) Křivka z přímé termické analýzy na zařízení JUPITER, ochlazování rychlostí  $1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , hmotnost vzorku 23 g.

a) The curve from direct thermal analysis by JUPITER equipment, cooling rate  $1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , sample mass 23 g.



b) Křivka z DTA měření na zařízení SETSYS 18<sup>TM</sup>, ochlazování rychlostí  $80\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , hmotnost vzorku 200 mg.

b) The curve from DTA measurement by SETSYS 18<sup>TM</sup> equipment, cooling rate  $80\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , sample mass 200 mg.



c) Křivka z DSC měření na zařízení MHTC, ohřev rychlostí  $1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , hmotnost vzorku cca 2,6 g.

c) The curve from DSC measurement by MHTC equipment, heating rate  $1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , sample mass 2.6 g.

Obr. 4 Ukázka křivek získávaných v průběhu termické analýzy vzorků ocelí reálných průmyslových jakostí.  
Fig. 4 Example of curves obtained during thermal analysis of the steel samples of real industrial grades.

Z tab. 2 je patrné, že má laboratoř kromě zkušebního týmu k dispozici také rozsáhlé možnosti studia termofyzikálních vlastností materiálů.

V současné době se činnost Laboratoře zaměřuje především na stanovování teplot likvidu a solidu ale také ostatních fázových přeměn probíhajících v reálných jakostech ocelí.

V průběhu roku 2011 byly realizovány metodické experimenty. Zároveň již došlo k využití tří uvedených zařízení pro vysokoteplotní termickou analýzu při realizaci 3 zakázek zadanými společnostmi Třinecké železářny a.s., Vítkovické Heavy Machinery a.s. a ArcelorMittal Ostrava a.s.

Systematicky prováděné analýzy dodaných vzorků oceli byly realizovány pro požadované rychlosti ochlazování, které napodobovaly reálné provozní podmínky. V rámci těchto zakázek byly stanoveny teploty likvidu, solidu a jiných vysokoteplotních, resp. nízkoteplotních fázových přeměn u celkem 5 jakostí ocelí. K získání výsledků bylo na výše uvedených zařízeních (tab. 2) provedeno více než 50 relevantních měření pomocí vhodně volených kombinací metod termické analýzy. Příklady křivek získaných metodami: přímé termické analýzy, diferenciální termické analýzy, diferenciální skenovací kalorimetrie jsou uvedeny na obr. 4.

Proč k určení teplot fázových transformací u ocelí není dostačující jeden experiment, jedna metoda a jeden přístroj? Ocel je multikomponentní heterogenní materiál se složitou strukturou. Její vlastnosti se liší nejen v závislosti na chemickém složení, ale také na její struktuře. Dalším faktorem, na který není v současné době brán příliš velký zřetel v systémech např. určování teplot solidu a likvidu, je metalografická čistota vzorku. Je třeba si uvědomit, že způsob metalurgické výroby vede k výskytu/vzniku různých druhů nekovových fází. Ty mají odlišné fyzikální vlastnosti, než kovová matrice a svou přítomností např. při tuhnutí, mohou ovlivňovat například teploty počátku a ukončení tuhnutí ocelové taveniny. Právě díky dostupnosti různých přístrojů, metod, hmotností vzorků, je možné získávané výsledky vyhodnotit tak, aby získané teploty fázových přeměn byly reálné a poplatné v průmyslové praxi.

V další fázi výzkumné činnosti Laboratoře dojde ve spolupráci s odborníky z oblasti materiálových věd právě díky celé řadě relevantně nastavených experimentálních podmínek studovaných ocelí k významnému rozšíření znalostí o termodynamických procesech, které zatím nebylo možné takto komplexně studovat.

Výsledky, které bylo možné zveřejnit, byly publikovány a prezentovány na zahraničních konferencích [9-12]. Byly také připraveny další příspěvky, které v nejbližší

době vyjdou v rámci impaktovaných zahraničních časopisů METALURGIJA, Materiali in Tehnologije, ad.

#### 4. Numerické modelování

Numerické modelování si v současnosti již v metalurgii vybojovalo nezastupitelnou pozici. Počáteční ojedinělé simulace počátkem 80. let 20. století jak charakteru proudění v primárních reaktorech, tak i simulace tuhnutí nejen oceli, jsou dnes nezbytnou součástí verifikace nastavení procesu dokonce už i před jeho vlastním zavedením v technologické praxi. Simulačních softwarů je dnes na trhu celá řada. Ne vždy je snadné pro uživatele se zorientovat, který z nabízených programů je nejvhodnější právě pro verifikaci a optimalizaci jeho procesu.

Díky dlouhodobým vědecko-výzkumným aktivitám pracovníků Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi v oblasti využití, v provozních podmínkách prověřené, koncepce simultánního numerického a fyzikálního modelového studia, doplněného o velmi potřebné provozní verifikace [13-19], se podařilo v rámci řešení projektu RMTVC získat komplexní komerční i výukovou licenci špičkového programu ProCAST (QUIKCAST) na numerické modelování procesů probíhajících při lití a tuhnutí nejen oceli. Konfigurace nově pořízeného software umožňuje provádět komplexní analýzy plnění, tuhnutí a napětí nejen ocelových ingotů, ale i plynule litých předlitků, s predikcí vad a zbytkového pnutí. Souhrnné řešení je zabezpečeno díky modulům pro výpočet plnění a tuhnutí, modulu predikce makrosegregace, dále pak modulu pro výpočet zbytkového pnutí a v neposlední řadě i modulu umožňujícího simulace procesů probíhajících v oblasti krystalizátoru a předlitku během plynulého odlévání.

Jak již bylo v předchozích pracích autorů uvedeno [20-23], numerické modelování je obecně rozděleno do tří etap. V první fázi (preprocessingu) je nutné vymezit modelovanou oblast, v některém CAD systému vytvořit její 3D geometrii, generovat výpočetní síť a definovat parametry výpočtu.

Mezi parametry výpočtu patří:

- materiálové vlastnosti jednotlivých částí lící soustavy,
- přestupy tepla na rozhraní prvků geometrie,
- okrajové podmínky, jako jsou lící teplota, rychlost lití, podmínky odvodu tepla přes povrch kokily,
- operační podmínky (např. působení gravitace),
- počáteční podmínky výpočtu (např. teplota lití oceli, počáteční teploty materiálů lící sestavy – předeřev),
- parametry výpočtu - tzv. RUN PARAMETERS.

Stanovení některých okrajových, operačních či počátečních podmínek nebývá obvykle až tak velký problém. Počáteční podmínky mohou být nastaveny např. dle technologického předpisu. Kvalita výsledků numerické simulace objemových vad v oceli (ale i dalších, neželezných kovech), je však především určována kvalitou termodynamických veličin oceli i materiálu kokily/krystalizátoru, potažmo použitými podmínkami přestupu tepla mezi jednotlivými částmi lící sestavy a způsobem definice odvodu tepla, které určují způsob krystalizace.

Díky projektu MPO FR-TI3/243 mezi společností VÍTKOVICE HEAVY MACHINERY a.s. a VŠB-TU OSTRAVA zaměřeného na optimalizaci výrobní technologie těžkých kovářských ingotů a díky přístrojovému zázemí vytvořeného při řešení projektu RMTVC bylo možno:

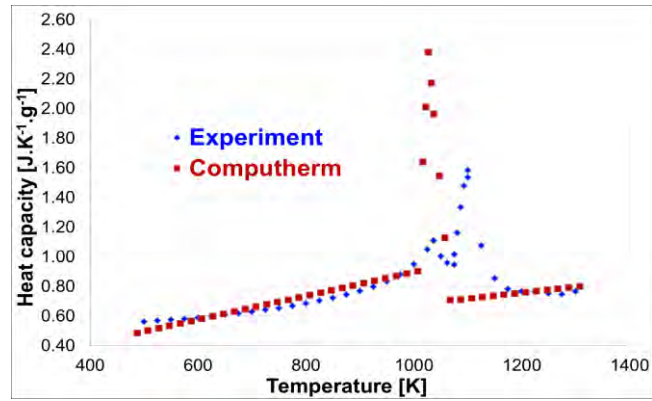
- 1) při určení materiálových vlastností oceli a kokily využít jednak integrované termodynamické databáze CompuTherm, ale i verifikovat teoreticky určené hodnoty teplot likvidu a solidu [24] či tepelné kapacity pomocí termické analýzy na zařízeních: SETARAM SETSYS 18TM, SETARAM MHTC a Tammanově odporové peci. Porovnání získaných teplot je shrnuto v tab. 3.

Tab. 3 Srovnání experimentálně naměřených hodnot, hodnot získaných dle různých výpočtových vztahů a pomocí termodynamické databáze CompuTherm či IDS

Tab. 3 Comparison of experimentally measured values with values obtained by different equations and by the thermodynamical databases CompuTherm and/or IDS

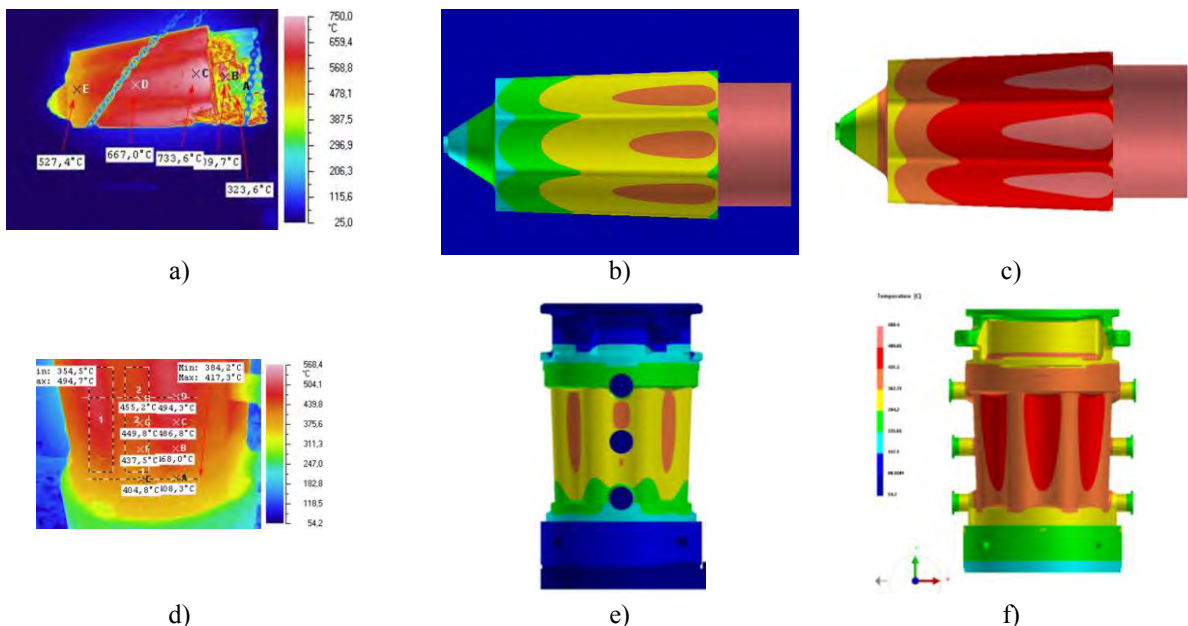
Způsob stanovení teplot fázových přeměn		Vzorek 1		Vzorek 22	
		T <sub>l</sub> [°C]	T <sub>s</sub> [°C]	T <sub>l</sub> [°C]	T <sub>s</sub> [°C]
Termodynamické databáze	COMPUTHERM	1511	1464	1511	1461
	IDS	1510	1470.3	1510	1470.3
Experimentálně	Tamman's furnace	1506.1	1471.6	1506.8	1471.4
	SETARAM Setsys 18 <sub>TM</sub>	1509.2	1471.8	1509.2	1471.8
	SETARAM MHTC	1511.3	1471.8	1511.3	1471.8
Teoretické stanovení pomocí matematických vztahů	Myslivec	1511	-	1509	-
	Šmrha	1509	-	1508	-
	CLESIM	1505	-	1504	-
	TECTIP	1507	-	1506	-
	Dubovick	1510	-	1510	-
	Aymard	1509	-	1509	-
	Voest Alpine	1508	-	1509	-
	VSŽ košice	1512	-	1510	-
	Kosec	1510	1472	1509	1472
	Štětina	1511	1472	1511	1472

- 2) Verifikace tepelné kapacity materiálu kokily byla provedena na zařízení SETARAM MHTC. Experimentálně získaná tepelná kapacita byla porovnána s tepelnou kapacitou generovanou termodynamickou databází CompuTherm a používanou při stávajících výpočtech - viz obr. 5.



Obr. 5 Porovnání experimentálního průběhu změny tepelné kapacity materiálu kokily v závislosti na teplotě s tepelnou kapacitou generovanou termodynamickou databází Computherm a používanou při stávajících simulacích.

Fig. 5 Comparison of experimentally monitored change in thermal capacity of the mould material in dependence on the temperature with the thermal capacity generated by thermo dynamical database Computherm – used during on-going simulations



Obr. 6 Proces optimalizace nastavení numerického modelu pomocí výsledků provozního termovizního měření, povrchu ingotu: a) termovize, b) původní simulace teplotního pole, c) optimalizovaná simulace teplotního pole; povrchu kokily: d) termovize, e) původní simulace teplotního pole, f) optimalizovaná simulace teplotního pole.

Fig. 6 Optimization process of numerical modelling settings by results of plant thermo camera monitoring, ingot surface: a) thermo camera, b) initial simulation of temperature field, c) optimized simulation of temperature field; mould surface: d) thermo camera, e) initial simulation of temperature field, f) optimized simulation of temperature field.

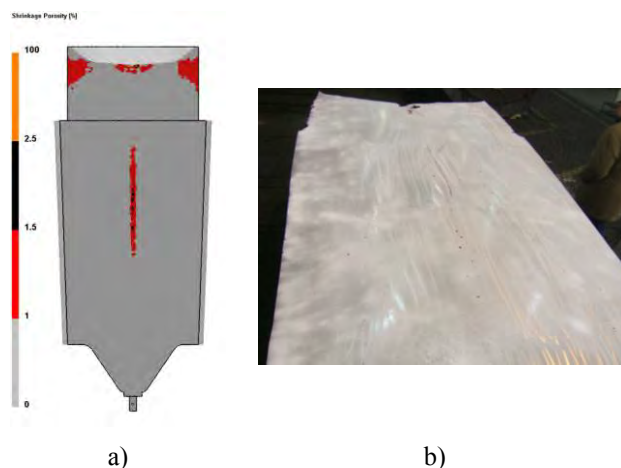
3) Na základě výsledků termovizního měření a získaných tepelných toků [25, 26] a změny průběhu okolní teploty se podařilo sjednotit změnu teplotního pole jak na povrchu kokily tak ingotu v průběhu výpočtu plnění i tuhnutí s výsledky provozního experimentu – viz obr. 6.

Oblast hlavového nástavce je dost ovlivněna izolací. Hlavový nástavec se sundává o 6 hodin dřív, než se stripuje ingot z kokily, a je dost pravděpodobné, že se při stahování nástavce poškodí vrstva izolace. Pokud to může být jinak, takže kdybychom termokamerou snímali jiný ingot, teplotní pole hlavy by bylo pravděpodobně jiné. Nicméně v tu dobu, kdy se stahuje

hlavový nástavec, by mělo být tělo ingotu již utužené a tedy to, jak vypadá teplotní pole hlavy, nám neovlivní rozložení segregací a pomezí již v tuhé oblasti těla ingotu. Proces tvorby segregací a pomezí v těle ingotu je již dokončen. Není proto potřeba věnovat zpřesnění odvodu tepla v oblasti hlavového nástavce další pozornost.

Výsledky termické analýzy a termovizního měření jsou používány u zpřesněného nastavení numerického modelu plnění a tuhnutí 90tunového ocelového ingotu.

Porovnání charakteru porozity získaného numerickou simulací a v řezu paralelně experimentálně odlitého ingotu je zachyceno na obr. 7.



Obr. 7 Charakter porosity v řezu ingotu a) numerická simulace b) reálný experimentální ingot

Fig. 7 Character of porosity in the ingot section a) numerical simulation, b) real experimental ingot

## Závěr

Předložený příspěvek byl věnován stručnému shrnutí aktivit Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi, která byla vytvořena v roce 2010 v rámci zahájení řešení projektu Regionální materiálově technologické výzkumné centrum. Aktivita jsou věnovány studiu vlastností metalurgických materiálů s důrazem na jejich přímou implementaci do aplikovaného výzkumu realizovaného v přímé spolupráci s metalurgickými podniky.

V současnosti je pozornost zaměřena na studium viskozity metalurgických materiálů (strusky, oceli). Již také probíhají měření pomocí unikátní sestavy vysokoteplotních zařízení pro termickou analýzu. Cílem je mapovat nejen teploty likvidu a solidu reálných jakostí oceli. Zpřesněné teploty likvidu a solidu, které se mnohdy liší od jinými metodami predikovaných hodnot, mohou být přímo využity průmyslovými partnery při efektivním nastavení například teplot oceli před zahájením lití, ale také při nastavování okrajových podmínek při numerickém modelování procesů souvisejících s litím a tuhnutím oceli. V oblasti numerického modelování se tým pracovníků Laboratoře v současné době věnuje především problematice výroby těžkých kovářských ingotů, kdy je schopen konfrontovat a následně optimalizovat výsledky simulací s provozními experimenty, při realizaci kterých také intenzivně spolupracuje.

Nejen celá řada moderních měřících přístrojů a profesionální software ale především dlouhodobě kvalitní spolupráce vysoce kvalifikovaných pracovníků Laboratoře s průmyslovými partnery vytváří předpoklad dalšího rozvoje poznání ve studovaných oblastech. Poznání nejen pro partnery projektů, ale v rámci publikační a vzdělávací činnosti (při respektování utajovaných skutečností) také světovou odbornou veřejností prostřednictvím intenzivní publikační činnosti či zapojením studentů do prováděného aplikovaného výzkumu v rámci řešení jejich závěrečných prací.

## Poděkování

Tato práce vznikla při řešení projektů:

č. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum", v rámci Operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace, financovaného ze strukturálních fondů EU a ze státního rozpočtu ČR. Studentské grantové soutěže (SGS) VŠB-TUO, projekt č. 2012/10 a č. 2012/196.

## Literatura

- [1] MICHÁLEK, K. et al.: Výzkumné zaměření a plánované aktivity „Laboratoře modelování procesů v tekuté a tuhé fázi“ projektu RMTVC. Hutnické listy, č. 3, 2011, s. 6-11, ISSN 0018-8069.
- [2] MICHÁLEK, K. et al.: Simulation, Monitoring and Control of Transition Zone in CC Billets at Steelworks Trinec. In: Materials, Metallurgy and Interdisciplinary Co-Working, Ostrava, VŠB-TU Ostrava, 2008, pp. 217-226, ISBN 978-80-248-7843-6.
- [3] MICHÁLEK, K. et al.: Model směsných oblastí ZPO 1 v TŽ, a.s. In: Teorie a praxe výroby a zpracování oceli. Rožnov pod Radhoštěm, 2008, s. 97-104, ISBN 978-80-86840-39-0.
- [4] GRÝC, K. et al: Effect of the Modification of Perforated Walls on Steel Flow Pattern in a 5-Strand Asymmetrical Tundish. Acta Metallurgica Slovaca Conference Košice, Vol. 1, 2010, No. 4, p. 143-146. ISSN-1338-1660.
- [5] SMETANA, B. et al.: Phase Transformation Temperatures of Pure Iron and Low Alloyed Steels in the Low Temperature region using DTA. Internation Journal of Materials Research, 2010, vol. 101, no. 3, p. 398-408, ISSN 1862-5282.
- [6] SMETANA, B. et al.: Application of High Temperature DTA to Micro-Alloyed Steels. METALURGIJA, 2012, vol. 51, issue 1, p. 121-124, ISSN 0543-5846.
- [7] ZLÁ, S. et al.: Thermophysical and Structural Study of in 792-5A Nickel Based Superalloy. METALURGIJA, 2012, vol. 51, issue 1, p. 83-86, ISSN 0543-5846.
- [8] SMETANA, B. et al.: Phase transition Temperatures of Sn-Zn-Al System and Their Comparison with Calculated Phase Diagrams. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, vol. 110, issue 1, p. 369-376, ISSN 1388-6150.
- [9] KLUS, P. et al.: Využití termické analýzy ke studiu termofyzikálních vlastností reálné jakosti oceli. In: Teori a praxe výroby a zpracování oceli, Rožnov pod Radhoštěm, 2012, s. 24-34, ISBN 978-80-87294-28-4.
- [10] GRÝC, K. et al.: High-Temperature Thermal Analysis of Specific Steel Grades, In: METAL 2012, Brno, 2012, 6 s. [CD-ROM], ISBN 978-80-87294-29-1.
- [11] SMETANA, B. et al.: Possibilities of Heat Capacities Determination of Metallic Systems in the Frame of Laboratory of Thermal Analysis. In: METAL 2012, Brno, 2012, 6 s. [CD-ROM], ISBN 978-80-87294-29-1.
- [12] ŽALUDOVÁ, M. et al.: Experimental study of Fe-C-O based system below 1000 °C. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2012, DOI: 10.1007/s10973-012-2346-y.
- [13] MICHÁLEK, K. et al.: Model Study of Tundish Steel Intermixing and Operational Verification. Archives of Metallurgy and Materials, 2012, vol. 57, no. 41, s. 291-296, ISSN 1733-3490.
- [14] MICHÁLEK, K. et al.: Physical Modelling of Bath Homogenisation in Argon Stirred Ladle. METALURGIJA 2009, vol.48, issue 4, p.215-218. ISSN 0543-5846.
- [15] MICHÁLEK, K. et al.: Mathematical Identification of Homogenisation Processes in Argon Stirred Ladle.

- METALURGIJA, 2009, vol.48, issue 4, p.219-222. ISSN 0543-5846.
- [16] MICHALEK, K. et al.: Optimization of Argon Blowing Conditions for the Steel Homogenization in Ladle by Numerical Modelling. In: Metal 2011, Brno, 2011, s. 143-149, ISBN 978-80-87294-24-6.
- [17] GRYC, K. et al.: Physical Modelling of Flow Pattern in 5-strand Asymmetrical Tundish with Baffles. In: METAL 2010, Brno, 2010, p. 42-46. ISBN 978-80-87294-17-8.
- [18] TKADLEČKOVÁ, M. et al.: Comparison of Extent of the Intermixed Zone Achieved under Different Boundary Conditions of Continuous Billets Casting. In: METAL 2010, Brno, 2010, p. 47-52. ISBN 978-80-87294-17-8.
- [19] MICHALEK, K. et al.: Study of Homogenization and Transfer Processes in the Casting Ladle Using Physical Modelling. In: METAL 2010, Brno, 2010, p. 42-46. ISBN 978-80-87294-17-8.
- [20] TKADLEČKOVÁ, M. et al.: Využití numerického modelování při řešení problematiky lití a krystalizace ocelových ingotů. In: Teorie a praxe výroby a zpracování oceli. Rožnov pod Radhoštěm, 2011, s. 77-82. ISBN 978-80-87294-21-5.
- [21] TKADLEČKOVÁ, M. et al.: Testing of Numerical Model Setting for Simulation of Steel Ingot Casting and Solidification. In METAL 2011, Brno, 2011, s. 61-67. ISBN 978-80-87294-24-6.
- [22] TKADLEČKOVÁ, M. et al.: Verifikace vlivu okrajových parametrů lití ocelových ingotů na velikost objemových vad. In: Iron and Steelmaking, Horní Bečva, 2011, s.5 ISBN 978-80-248-2484-0.
- [23] TKADLEČKOVÁ, M. et al.: Verifikace vlivu okrajových parametrů lití ocelových ingotů na velikost objemových vad. Hutnické listy, ročník LXV, číslo 2, rok 2012, s. 3-7, ISSN 0018-8069.
- [24] TKADLEČKOVÁ, M. et al.: Verifikace termodynamických parametrů numerického modelu plnění a tuhnutí těžkého ocelového ingotu. In: 28. ročník konference o teorii a praxi výroby a zpracování oceli, Rožnov pod Radhoštěm, 2012, s. 76-83. ISBN 978-80-87294-28-4.
- [25] TKADLEČKOVÁ, M. et al.: Comparison of Numerical Results with Thermography Measurement. In: METAL 2012, Ostrava, 2012, Hotel Voroněž I, Brno, [No. CD-ROM: 173.pdf; 6 s.], ISBN 978-80-87294-29-1.
- [26] TKADLEČKOVÁ, M. et al.: Setting a Numerical Simulation of Filling and Solidification of Heavy Steel Ingots Based on Real Casting Conditions. MATERIALI IN TECHNOLOGIJE. 2012, vol. 46, no. 4, p. 399-402. ISSN 1580-2949.

## Růst těžby železné rudy

[http://www.steel-grips.com/newsdesk/business\\_news/Ore\\_for\\_steel\\_or\\_steel\\_for\\_ore.html](http://www.steel-grips.com/newsdesk/business_news/Ore_for_steel_or_steel_for_ore.html)

Těžba železné rudy poznamenala nemalou část území na severu Švédska. V poslední době zde byly znovu otevřeny některé již opuštěné doly a plánuje se výstavba dalších. V Kiruně, kde se s těžbou rudy začalo již před více než 100 lety, byl rozšířen stávající důl a bylo otevřeno další poschodí v hloubce 1300 m. Přípravuje se zahájení těžby v Pajale, která je 120 km východněji, a zkoumají se možnosti zahájit těžbu na finské straně hranice. Těžbu na vrchu Kiirunavaara zahájila firma ULAB (Luossavaara-Kiruna Aktiebolag) a dnes je již v hloubce 1045 m. Těžba je automatizovaná a řízená na dálku. S postupem do hloubky kvalita rudy stoupá. Každý den odváží 10 až 12 vlaků rudy, což je více než 1000 vagonů, do přístavu Narvik. Dobývací zařízení musí být konstruováno na těžké podmínky těžby, mnoho částí je z otěruvzdorných plechů a kabiny těžebních strojů jsou z vysoce pevných plechů, aby vydržely náraz padajícího nerostu.

LJ

## Zařízení pro tepelné zpracování ve Švédsku

Outokumpu Stainless orders heat treatment line. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012 č. 5, s. 17

Firma Outokumpu Stainless objednala u firmy SMS Siemag zařízení pro tepelné zpracování plechů z nerezavějící oceli v závodě v Degerfors. Zařízení umožní zvýšit výrobu a zároveň zlepšit kvalitu. Jde o dvě pece, mechanismus pro manipulaci, valník pro kalení, elektrickou výzbroj a automatizaci. Zařízení by mělo jít do provozu v r. 2013.

LJ

## Influence of Temperature and SiO<sub>2</sub> Concentration on Viscosity of Molten Oxide Systems

### Vliv teploty a koncentrace SiO<sub>2</sub> na viskozitu roztavených oxidických systémů

Ing. Silvie Rosypalová, doc. Ing. Lenka Řeháčková, Ph.D., doc. Ing. Rostislav Dudek, Ph.D., prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc., doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D., prof. Ing. Ludovít Dobrovský, CSc., Dr.h.c., Ing. Monika Žaludová, RMSTC, VŠB-Technical University of Ostrava

*The presented paper is focused on the study of viscosity of oxide systems, which form the basis of metallurgical slags and casting powders. Viscosity is one of the most important physical properties of slag, in view of its direct effect on kinetic conditions of the processes. Viscosity of molten slag is related to internal structure of oxide melt and it is very sensitive to changes of temperature and slag composition. In this work the influence of temperature and concentration of SiO<sub>2</sub> on viscosity was researched. The ternary system of CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>, which presents simplified base of the casting powders used for continuous casting of steel, was chosen for the experiment. For an assessment of the influence of SiO<sub>2</sub> concentration on the oxide system viscosity, a concentration series with the addition of 3; 6; 9; 12 and 15 wt. % of SiO<sub>2</sub> was prepared. Experimental measurement of viscosity of melts is very difficult, namely because of the need to operate at high temperatures. The viscosity measurements were carried out by the rotating viscometer Anton Paar FRS 1600. This viscometer allows measurement of viscosity dependence on temperature up to the temperature of 1600°C. The viscosity was measured during heating in the temperature interval from 1400°C to 1600°C at the heating rate of 3.3 °C/min and then during cooling to 1400°C at the cooling rate of 4.4 °C/min.*

*Znalost fyzikálně-chemických vlastností roztavených oxidických systémů, je z pohledu vysokoteplotních metalurgických procesů nezbytná. Oxidické systémy tvoří základ licích prášků a metalurgických strusek. Na volbě optimálního struskového režimu závisí nejen průběh hlavních metalurgických pochodů, ale také hodnoty techniko-ekonomických ukazatelů celého ocelářského pochodu. Funkce struskových systémů závisí na jejich fyzikálně-chemických vlastnostech, které jsou určeny především jejich složením a teplotou. Jedním z významných kritérií, které ovlivňují užité vlastnosti strusek, je viskozita, poněvadž má velmi důležitou roli, jak v oblasti přenosu hmoty, tak také při chemických reakcích v metalurgických procesech. Předložená práce je zaměřena na experimentální stanovení závislosti viskozity na teplotě a koncentraci SiO<sub>2</sub>. Pro výzkum byl vybrán ternární oxidický systém CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>, který představuje zjednodušený základ licího prášku používaného pro plynulé odlévání oceli. Pro experimentální stanovení závislosti viskozity na koncentraci SiO<sub>2</sub> byla připravena koncentrační řada s přídávky 3; 6; 9; 12 a 15 hm. % oxidu křemičitého. Experimentální měření viskozity tavenin je velmi obtížné, hlavně z důvodu nutnosti pracovat při vysokých teplotách. V této práci bylo experimentální měření viskozity provedeno na vysokoteplotním viskozimetru Anton Paar FRS 1600. Tento viskozimetr umožňuje měření teplotní závislosti viskozity v rotačním i oscilačním režimu do teploty 1600 °C. Viskozita byla měřena v rotačním režimu během ohřevu rychlostí 3,3 °C/min v teplotním intervalu 1400 – 1600 °C a následně během ochlazování rychlostí 4,4 °C/min v teplotním intervalu 1600 – 1400 °C. Na základě vyhodnocení teplotních závislostí viskozit všech měřených systémů bylo zjištěno, že viskozita ve shodě s fyzikálními principy klesá s rostoucí teplotou. Ze srovnání teplotních závislostí změny viskozity během ohřevu a ochlazování je patrné, že viskozita měřená při ochlazování dosahuje nižších hodnot, a to z důvodu depolymerizace taveniny, než při jejím měření během ohřevu. Tato skutečnost byla zjištěna u všech zkoumaných vzorků. Při zvyšování koncentrace oxidu křemičitého v ternárním systému CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> dochází k nárůstu hodnot viskozity. Tímto byl potvrzen předpoklad o chování SiO<sub>2</sub> jako tvořiče polyaniontových sítí. K výraznější změně viskozity dochází v oblasti nižších teplot. S rostoucí teplotou je vliv přídávku SiO<sub>2</sub> eliminován.*

Knowledge of the physico-chemical properties of molten oxide systems is essential, particularly for optimisation of the high-temperature metallurgical processes. Oxide systems form the basis of casting powders and metallurgical slags. The choice of an optimum slag mode influences not only the main metallurgical processes, but also the values of technical-economic indicators of the whole steelmaking process. One of the most important characteristics is the slag viscosity, since it influences kinetic conditions in metallurgical processes [1, 2].

Viscosity depends mainly on temperature and chemical composition. Viscosity in metallurgical slags is determined by the silicate structure. Acid slag with large polymerised silicate ions is highly viscous, while basic slag with small de-polymerised silicates is less viscous [3]. With addition of basic oxides (e.g. CaO, Na<sub>2</sub>O, MnO) into silicate slag the degree of de-polymerisation of the SiO<sub>2</sub> - tetrahedron decreases, and viscosity therefore decreases as well [4]. In the case of amphoteric oxide Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> the authors of the work [5] found that viscosity decreases with the increasing ratio

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ . This implies that  $\text{Al}_2\text{O}_3$  performs the function of basic oxide, the so called structure modifier. The silicate structure is damaged and viscosity decreases with the increasing content of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Experimental investigation of viscosity of melts is very difficult, namely because of the need to operate at high temperatures. The oscillatory and rotary method belongs to the most common experimental methods used for studying the viscous properties of melts. While the oscillatory method is used mainly for study of rheological properties of pure metals and alloys [6-8], the rotary method is used most often for measuring the viscosity of the oxide systems [9-11].

The aim of this work was to determine experimentally the dependence of viscosity on temperature and on concentration of  $\text{SiO}_2$  for the ternary system  $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ . This system is the basis of casting powders used for continuous casting of steel. Experimental study was realised with use of the rotary method.

## Experiment

The ternary system  $\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  was selected for the experimental study. A concentration series with the addition of 3; 6; 9; 12 and 15 wt.% of  $\text{SiO}_2$  was prepared for an assessment of the influence of  $\text{SiO}_2$  concentration on the oxide system viscosity. Its chemical composition is shown in Table 1.

Tab. 1 Chemical composition of the concentration series  
Tab. 1 Chemické složení koncentrační řady

	$\text{SiO}_2$ (wt.%)	$\text{CaO}$ (wt.%)	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (wt.%)
<b>TS</b>	47.20	36.90	15.90
<b>TS + 3 wt.% <math>\text{SiO}_2</math></b>	50.20	34.80	15.00
<b>TS + 6 wt.% <math>\text{SiO}_2</math></b>	53.20	32.71	14.09
<b>TS + 9 wt.% <math>\text{SiO}_2</math></b>	56.20	30.61	13.19
<b>TS + 12 wt.% <math>\text{SiO}_2</math></b>	59.20	28.51	12.29
<b>TS + 15 wt.% <math>\text{SiO}_2</math></b>	62.20	26.41	11.39

The viscosity measurements were carried out by the rotating viscometer Anton Paar FRS 1600 [12]. The experimental instrument is shown in Figure 1. This instrument measures the torque of graphite spindle rotating in graphite crucible filled with oxide melt. The speed range of the spindle is 0 - 200 rpm. A high temperature furnace system with a maximum temperature limit of  $1600^\circ\text{C}$  that monitored by a Pt-13%Rh/Pt thermocouple was used in the instrument. The graphite crucible containing 55 g of the oxide system was placed into the furnace. In order to avoid the oxidation of graphite crucible and spindle, the nitrogen gas (purity > 99.9999) was used at a flow rate of 250 l/h. The furnace was heated to  $1400^\circ\text{C}$  at the heating rate of  $15.3^\circ\text{C}/\text{min}$  and held for 30 min to

stabilize the temperature and homogenize the oxide melt. The graphite spindle was then immersed into the oxide melt. The viscosity was measured during heating up to  $1600^\circ\text{C}$  at the heating rate of  $3.3^\circ\text{C}/\text{min}$  and then during cooling to  $1400^\circ\text{C}$  at the cooling rate of  $4.4^\circ\text{C}/\text{min}$ . The optimum shear rate of 85 rpm was chosen for viscosity measurements.

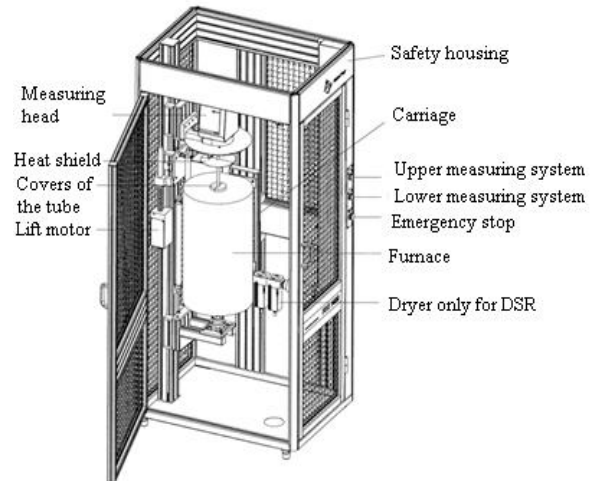


Fig. 1 Viscometer Anton Paar FRS 1600  
Obr. 1 Viskozimetr Anton Paar FRS 1600

## Results

The temperature dependence of viscosity of the basic ternary system (TS)  $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  during heating ( $1673\text{ K} - 1873\text{ K}$ ) and cooling ( $1873\text{ K} - 1673\text{ K}$ ) is shown in Figure 2. It is evident from the figure that viscosity decreases with the increasing temperature. The experimental values of viscosities obtained at heating are higher than the values obtained at cooling. The values of viscosity were during heating in the range from 1.57 to 0.337 Pa.s and during cooling it was in the range from 0.314 to 1.31 Pa.s. Lower values of viscosity during cooling of the sample were caused by change of the melt character after its re-melting.

Temperature dependences of viscosity for all the measured samples of the concentration series are shown in the Figures 3 and 4. Figure 3 shows the temperature dependence measured during heating and Figure 4 shows this dependence measured during cooling.

It is evident from these figures that viscosity in all the systems decreases with the increasing temperature and with addition of  $\text{SiO}_2$  viscosity increases. When comparing Figures 3 and 4 it can be seen that similarly as in the basic system without addition of  $\text{SiO}_2$  the viscosity of the concentration series during cooling shifts to lower values. For example, in the system with addition of 15wt.% of  $\text{SiO}_2$  the viscosity is during heating in the interval from 6.84 to 1.09 Pa.s, while during cooling the viscosity varies in the interval from 1.07 to 5.08 Pa.s.

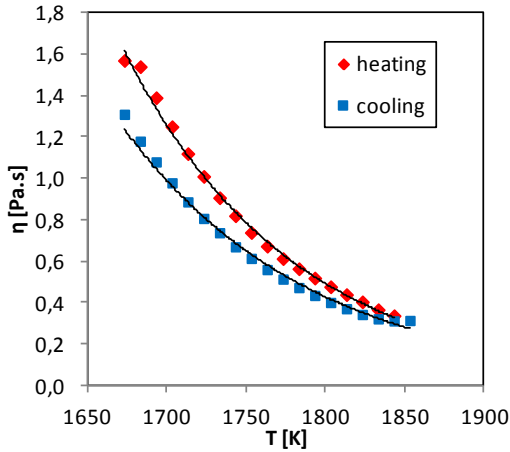


Fig. 2 Temperature dependence of viscosity of CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> system (TS) during heating and cooling  
Obr. 2 Teplotní závislost viskozity CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> systému (TS) během ohřevu a ochlazování

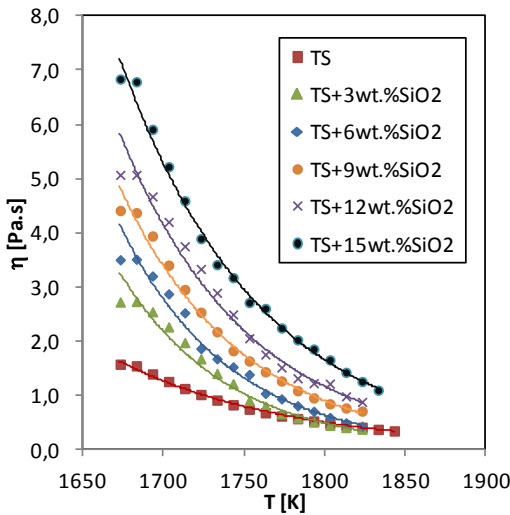


Fig. 3 Temperature dependence of viscosity of the SiO<sub>2</sub> concentration series during heating  
Obr. 3 Teplotní závislost viskozity koncentrační řady SiO<sub>2</sub> během ohřevu

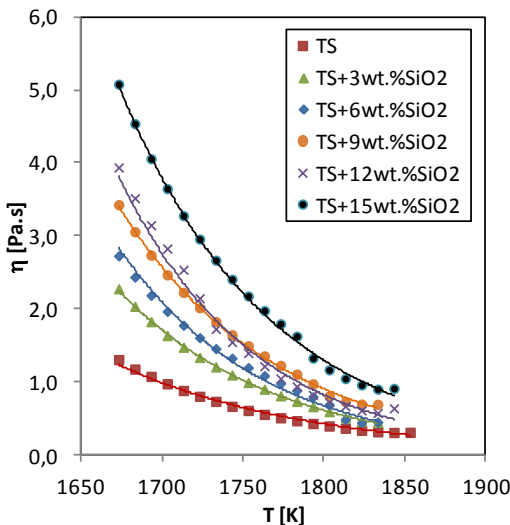


Fig. 4 Temperature dependence of viscosity of the SiO<sub>2</sub> concentration series during cooling  
Obr. 4 Teplotní závislost viskozity koncentrační řady SiO<sub>2</sub> během ochlazování

Dependences of viscosity on concentration of SiO<sub>2</sub> are shown in Figure 4. It compares the viscosity values in dependence on different concentrations of SiO<sub>2</sub> at the constant temperature (1410°C, 1450°C, 1500°C and 1540°C). From this figure it is evident that viscosity increases with the increasing SiO<sub>2</sub> content, and that with the increasing temperature the influence of the SiO<sub>2</sub> contents decreases.

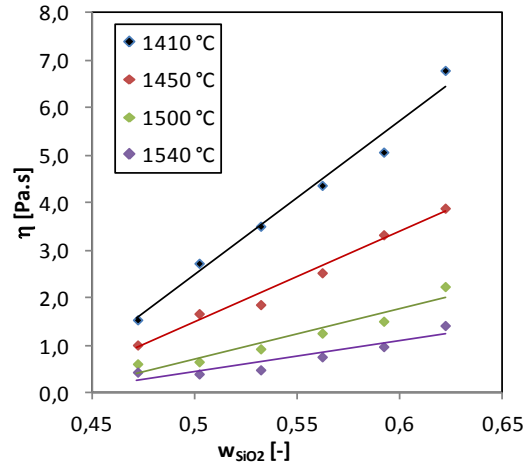


Fig. 5 Dependence of viscosity on concentration of SiO<sub>2</sub>  
Obr. 5 Závislost viskozity na koncentraci SiO<sub>2</sub>

Concrete values expressing the dependence of viscosity on the SiO<sub>2</sub> concentration are given in table 2.

Tab. 2 Dependence of viscosity on concentration of SiO<sub>2</sub> at constant temperature

Tab. 2 Závislost viskozity na koncentraci SiO<sub>2</sub> při konstantní teplotě

w <sub>SiO2</sub>	η [Pa.s]			
	1410 °C	1450°C	1500°C	1540°C
<b>0.472</b>	1.54	1.01	0.613	0.439
<b>0.502</b>	2.73	1.67	0.657	0.401
<b>0.532</b>	3.51	1.86	0.929	0.487
<b>0.562</b>	4.37	2.53	1.26	0.761
<b>0.592</b>	5.07	3.33	1.51	0.976
<b>0.622</b>	6.79	3.89	2.24	1.42

## Discussion

The basic building unit of silicates, aluminum silicates and other modifications of SiO<sub>2</sub> is the tetrahedron SiO<sub>4</sub><sup>4-</sup>, which consists of small central atom of silicon, which is surrounded by four large atoms of oxygen situated at the vertices of the tetrahedron. These tetrahedrons can exist in the structure of silicates as independent structural units or they can be mutually interconnected into more complex formations, while connection of tetrahedrons is realised by sharing of one atom of oxygen, the so called oxygen bridge, by two adjacent tetrahedrons.

Anionic units of the type [Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>]<sup>2-</sup>, [Si<sub>2</sub>O<sub>6</sub>]<sup>4-</sup>, [Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub>]<sup>6-</sup> and [SiO<sub>4</sub>]<sup>4-</sup> occur in the silicate melts [13]. These anionic units contain 3 - 6 atoms and they can exist for



example in the form of chains. Influence of the SiO<sub>2</sub> contents on the viscosity of molten oxide systems can be generally interpreted in the following manner: the larger is the size of complex anions, the greater is viscosity. Their size conditions mutual interconnection of adjacent layers of the melt and therefore also the internal friction in the melt. According to the work of V.P. Smoljarenko [14] the condition for creation of isolated tetrahedrons SiO<sub>4</sub><sup>4-</sup> is the ratio O/Si ≤ 4. In our case, the basic system (TS) achieves the value of this ratio 3.42. According to this assumption it is obvious that network structures are being formed in the melt.

In the case of the SiO<sub>2</sub> concentration series (see table 1) the ratio O/Si decreases with addition of SiO<sub>2</sub>, which confirms that degree of polymerisation of the melt increases. For this reason, the viscosity in the system CaO - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - SiO<sub>2</sub> increases with the increasing SiO<sub>2</sub> contents. This phenomenon is observed especially at low temperatures (see Figure 4). At higher temperatures, the influence of the SiO<sub>2</sub> content on the viscosity decreases.

The experimental values of viscosities measured during cooling of the sample were found to be lower than the values measured during heating. This phenomenon is caused by change of the melt character. It is probable that de-polymerisation of network structures in the melt takes place during the thermal load, leading to lower values of viscosity. During cooling, no high retro-polymerisation of the melt occurs and therefore the viscosity values can be in the lower range of values than during the heating. This fact is clearly shown in Figure 2. Similar results were achieved for all the measured samples of the investigated SiO<sub>2</sub> concentration series.

Comparison of experimental results with other authors is very difficult because of the wide variability in composition of oxide systems, which form the basis of metallurgical slags and casting powders. Even a slight change in the chemical composition greatly influences the value of viscosity. Many authors [15, 16] deal with measurement of viscosity of the oxide systems with higher contents of basic oxides, which significantly reduce the value of viscosity. The results of the above presented experimental study were compared with the results of the work of authors [17, 18], where good agreement was found, despite some differences in the percentage representation of individual components.

## Conclusions

The results obtained by experimental research can be summarised as follows:

- Viscosity of all the investigated oxide systems - SiO<sub>2</sub> concentration series - decreases with the increasing temperature.
- The viscosity depends noticeably on composition of the oxide systems. It increases with the increasing

contents of SiO<sub>2</sub>, while more distinct change of viscosity is observed at lower temperature. Influence of addition of SiO<sub>2</sub> is eliminate with the increasing temperature.

- The viscosity measured during heating of individual oxide systems is higher than viscosity measured during their cooling. This fact has been confirmed in all investigated samples and it was probably caused by de-polymerisation of the silicate structure during heating.

An anis for exact determination of the change of the silicate structure and chemical composition during thermal load will be performed in the next step for confirmation of this assumption.

## Acknowledgements

*The work was carried out within the scope of the project No. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 "Regional Materials Science and Technology Centre" within the frame of the operation programme "Research and Development for Innovations" financed by the Structural Funds and from the state budget of the Czech Republic.*

## Literature

- [1] MATSUSHITA, T., HAYASHI, M., SEETHARMAN, S. *Thermochemical and thermophysical property measurement in slag systems*. International Journal of Materials and Product Technology. 2005, vol. 22, no.4, pp. 351-390, ISSN 0268-1900.
- [2] *Slag Atlas*, 2<sup>nd</sup> edition, Verein Deutscher Eisenhüttenleute (VDEh), Düsseldorf, 1955.
- [3] NAKAMOTO, M., LEE, J., TANAKA T. *A model for estimating of viscosity of molten silicate slag*. ISIJ International. 2005, vol.45, no. 5, pp. 651-656.
- [4] KIM, H. et al. *A study on the effect of Na<sub>2</sub>O on the viscosity for ironmaking slag*. Steel research int. 2010, vol. 81, No1, pp. 17-24.
- [5] LIAO, J. et. al. *Effect of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> ration on the viscosity and structure of slags*. ISIJ International. 2012, vol. 52, no. 5, pp. 753-758.
- [6] MUDRY, S., SKLYARCHUK, V., YAKYMOVYCH, A. *Influence of doping with Ni on viscosity of liquid Al*. Journal of physical studies. 2008, vol. 12, no. 1, p. 1601.
- [7] MUDRY, S., et al. *Viscosity of Sb - Sn melts*. Inorganic materials. 2010, vol. 46, no.8, pp. 833-835.
- [8] KEHR, M., HOYER, W., EGRY, I. *A new high - temperature oscillating cup viscometer*. Int. J. Thermophys. 2007, vol. 28, pp. 1017 - 1025.
- [9] SAITO, N. et al. *Viscosity of blast furnace type slags*. Metallurgical and materials transaction B. 2003, vol. 34B, pp. 509-516.
- [10] LEE, Y.S. et al. *Viscous behaviour of CaO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-FeO slag*. VII International Conference on Molten Slags Fluxes and Salts, The South African Institute of Mining and Metallurgy, 2004.
- [11] LEDZKI, A. et al. *Dynamic viscosity of blast furnace primary and final slag with titanium and alkali admixtures*. Archives of metallurgy and materials. 2009, vol. 54, no. 2.

- [12] DUDEK, R., et al. *Possibilities of investigation of viscosity of metallic and oxide melts*. Hutnické listy. 2011, vol. 64, no. 6, pp. 90-95.
- [13] MILLS, K., C. *The influence of structure on the physico-chemical properties of slags*. ISIJ International. 1993, vol. 33, no. 1, pp. 148-155.
- [14] SMOLJARENKO, V.P., JAKUŠEV, A.M., JEDNĚRAL, F.P. *IVUZ. Čer. Met.* 1965, vol. 55.
- [15] SONG, M., SHU, Q., SICHEN, D. *Viscosities of the quaternary  $Al_2O_3$ -CaO-MgO- $SiO_2$  slags*. Steel research. 2011, vol. 82, no. 3, pp. 260-268.
- [16] NAKAMATO, M., et al. *Evaluation of viscosity of molten  $SiO_2$ -CaO-MgO- $Al_2O_3$  slags in blast furnace operation*. ISIJ International. 2004, vol. 44, no. 12, pp.2115-2119.
- [17] URBAIN, G., BOTTINGA, Y., RICHET, P. *Viscosity of liquid silica, silicates and aluminosilicates*. Geochem. at Cosmochimica Acta. 1982, vol. 46, pp. 1061-1072.
- [18] TOPLIS, M., DINGWELL, D. *Shear viscosities of CaO- $Al_2O_3$ - $SiO_2$  and MgO- $Al_2O_3$ - $SiO_2$  liquids: Implications for the structural role of aluminum and the degree of polymerization of synthetic and natural aluminosilicate melts*. Geochem. at Cosmochimica Acta. 2004, vol. 68, no. 24, pp. 5169-5188.





**29. ročník konference o teorii a praxi výroby a zpracování oceli**

**1. OZNÁMENÍ**  
4. - 5. dubna 2013  
Lázeňský dům Libuše, Karlova Studánka

TANGER, spol. s r.o.  
VŠB - Technická univerzita Ostrava

© 2012 - 2013 TANGER, spol. s r.o.

# tváření, tepelné zpracování

## Hodnocení deformačního chování oceli 42CrMo4 při tváření za tepla

## Evaluation of Deformation Behaviour of the Steel 42CrMo4 at Hot Forming

Ing. Petr Kawulok, Ph.D., Prof. Ing. Ivo Schindler, CSc., Bc. Radek Mendrok, Ing. Stanislav Ruzs, Ph.D.,  
Ing. Rostislav Kawulok, RMTVC, VŠB-Technická univerzita Ostrava

Využitím tlakového plastometru Gleeble 3800 bylo zkoumáno deformační chování nízkolegované oceli 42CrMo4. Cílem bylo na základě experimentálních dat stanovit hodnotu aktivační energie a další materiálové konstanty, které jsou nutné k predikci maximálního deformačního odporu a velikosti deformace do píku. Při vyhodnocování experimentálních dat bylo zjištěno, že napětové křivky získané při deformačních rychlostech 12 a 60 s<sup>-1</sup> vykazovaly nestandardní tvar. Analýzou dat bylo zjištěno, že tlakové zkoušky nebyly provedeny při konstantních nominálních deformačních rychlostech, což mohlo negativně ovlivnit tvar získaných napětových křivek. Z tohoto důvodu byla definována okamžitá a střední deformační rychlost. Aktivační energie a další materiálové konstanty byly určeny zvlášť pro všechny tři typy deformačních rychlostí a navíc byly tyto materiálové konstanty určeny také zvlášť pro dva aplikované rozsahy deformačních rychlostí (od 0,02 do 2,3 s<sup>-1</sup> a od 0,02 do 60 s<sup>-1</sup>). Širší rozsah deformačních rychlostí měl za následek dosažení mírně nižších hodnot aktivačních energií, než v případě aktivačních energií stanovených v užším rozsahu deformačních rychlostí. Vliv typu deformační rychlosti (nominální, střední a okamžitá), která byla použita při výpočtu, na velikost hodnoty aktivační energie byl zanedbatelný. S využitím vypočtených materiálových konstant byly vytvořeny 3D mapy, které umožňují predikovat maximální deformační odpor a velikost deformace nutnou k zahájení dynamické rekrystalizace.

Deformation behaviour of the low-alloyed steel 42CrMo4, which is primarily intended for heat treatment, was investigated with use of the pressure plastometer Gleeble 3800. The aim was to determine on the basis of experimental data obtained by realisation of a complete set of tests by uniaxial pressure the value of the activation energy and of other material constants, which are necessary for prediction of the maximum flow stress and the magnitude of strain to the peak, which corresponds practically to the beginning of dynamic recrystallisation of investigated steel. When evaluating the experimental data, it was found that the stress curves obtained at strain rates of 12 and 60 s<sup>-1</sup> showed a non-standard shape, and it was difficult to identify the coordinates of the stress peak of the given stress curve. It was established by detailed analysis of the data that the pressure tests were not performed at constant nominal strain rates, which might have had a negative impact on the shape of the curves at nominal strain rates higher than 2.3 s<sup>-1</sup>. For this reason an instantaneous and mean strain rates were defined. The activation energy and other material constants were determined separately for all three types of strain rates and moreover these material constants were determined also particularly for two ranges of applied strain rates (from 0.02 to 2.3 s<sup>-1</sup> and from 0.02 to 60 s<sup>-1</sup>). A wider range of strain rates applied on the pressure plastometer resulted in achievement of slightly lower values of activation energies than in the case of activation energies that were determined in the narrower range of strain rates. The influence of strain rate that was used at calculation of strain rates (nominal, instantaneous and mean strain rate) on the magnitude of the value of activation energy was negligible. 3D maps, showing the dependence of the maximum flow stress, or of the peak strain, on the deformation temperature and on the magnitude of the strain rate, were created with use of the calculated material constants. These graphs make it possible to predict for the investigated steel and for the given thermo-mechanical parameters of deformation the maximum flow stress and magnitude of strain required for initiation of dynamic recrystallisation.

Ke studiu deformačního chování ocelí, například ke stanovení aktivační energie zkoumaného materiálu, lze využít plastometrické testy, mezi které se řadí především torzní a tlakové zkoušky [1]. Obě tyto zkoušky lze provést v poměrně širokém rozsahu deformačních teplot. Výhodou torzních plastometrů je schopnost dosažení vysokých deformací s vyloučením vnějšího tření a možnost deformovat vzorek až do jeho lomu. Bohužel torzní plastometry jsou limitovány deformační rychlostí do  $10 \text{ s}^{-1}$  [2]. Tuto nevýhodu eliminují tlakové plastometry, na kterých lze dosáhnout deformační rychlosti až  $100 \text{ s}^{-1}$ . Nicméně na tlakových plastometrech je omezena velikost deformace [3].

V tomto případě byl ke zkoumání deformačního chování nízkolegované oceli 42CrMo4 využit tlakový plastometr Gleeble 3800, provozovaný Politechnikou Częstochowa [4]. Naším cílem bylo stanovit hodnotu aktivační energie a tu dále využít k predikci maximálního deformačního odporu a deformace odpovídající počátku dynamické rekrytalizace zkoumané oceli. Aktivační energie je velice důležitá materiálová konstanta, která závisí na chemickém složení a na mikrostruktuře materiálu tvářeného za tepla [5].

Nízkolegovaná ocel 42CrMo4 patří k nejčastěji používaným ocelím k zkušlechtění. Díky své vyšší prokalitelnosti je vhodná k výrobě specifických vysoce namáhaných součástí ve strojírenství (spojovací součásti, valivá ložiska, čepy). Její vlastnosti jsou využívány také při výrobě vozidel (ozubená kola, osy, svorníky, vřetena, hřídele převodovek atd.) [6,7].

## Popis experimentu a matematické zpracování naměřených dat

Pro tlakové zkoušky na plastomeru Gleeble 3800 byly ze zkoumané oceli připraveny válcovité vzorky o průměru 10 mm a výšce 15 mm. Sada zkoušek jednoosým tlakem byla provedena při teplotách deformace 800, 900, 1000 a 1100 °C a při vybraných deformačních rychlostech 0,02; 0,09; 0,47; 2,3; 12 a 60  $\text{s}^{-1}$ . Chemické složení zkoumané oceli dokumentuje tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení oceli 42CrMo4  
Tab. 1 Chemical composition of the steel 42CrMo4

C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo
0,431	0,77	0,276	0,016	0,026	1,14	0,175

Data získaná tlakovou zkouškou byla postupně zpracována v programu ENERGY 4.0, který pracuje na bázi regresních analýz. Tento program využívá k určení hodnoty aktivační energie  $Q$  [ $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ], modifikovaný sinushyperbolický vztah Sellarse a Tegarta [8]:

$$\dot{\epsilon} = C \cdot \exp\left[-\frac{Q}{R \cdot T}\right] \cdot [\sinh(\alpha \cdot \sigma_{\max})]^n \quad (1)$$

kde  $\dot{\epsilon}$  je deformační rychlost [ $\text{s}^{-1}$ ],  $C$  [ $\text{s}^{-1}$ ],  $\alpha$  [ $\text{MPa}^{-1}$ ] a  $n$  [-] jsou materiálové konstanty,  $R$  je molární plynová

konstanta rovna  $8,314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ,  $T$  [K] je teplota deformace a  $\sigma_{\max}$  [MPa] je maximální napětí (maximální deformační odpor) odpovídající píkové deformaci. Software ENERGY 4.0 umožňuje komplexní řešení poměrně složitěho vztahu (1), kdy je za využití částečných lineárních regresí potlačen možný rozptyl experimentálních dat, které jsou následně zpracovávány finální nelineární regresí, zahrnující dvě nezávisle proměnné (teplotu a deformační rychlost).

Je velice důležité pracovat s komplexním vztahem (1), protože jakékoliv usnadnění matematického zpracování experimentálních dat může vést k nepřesnému stanovení hodnot příslušných materiálových konstant, které se projeví při predikci maximálního deformačního odporu zkoumaného materiálu v závislosti na Zener-Hollomonově parametru, což bylo potvrzeno v práci [9].

Znalost aktivační energie dovoluje stanovit, pro dané termomechanické podmínky tváření, Zener-Hollomonův parametr  $Z$  [10]:

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{R \cdot T}\right) \quad (2)$$

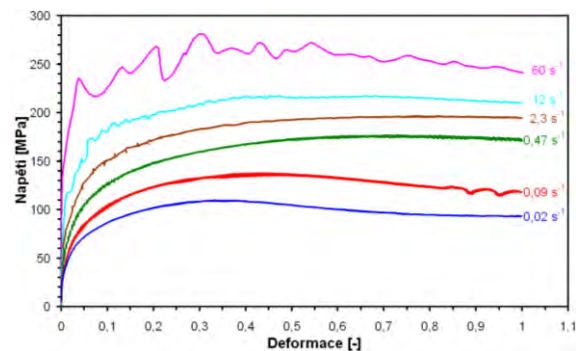
Parametr  $Z$  [ $\text{s}^{-1}$ ] lze využít ke stanovení souřadnic píkú křivek napětí-deformace, což umožňuje predikci počátku dynamické rekrytalizace zkoumaného materiálu. Velikost maximálního deformačního odporu zkoumaného materiálu  $\sigma_{\max}$  [MPa] a deformace, která odpovídá danému napětíovému píku  $e_p$  [-] lze stanovit dle následujících rovnic [1]:

$$\sigma_{\max} = \frac{1}{\alpha} \cdot \arg \sinh^n \sqrt{\frac{Z}{C}} \quad (3)$$

$$e_p = U \cdot Z^W \quad (4)$$

kde  $\alpha$  [ $\text{MPa}^{-1}$ ],  $n$  [-],  $C$  [ $\text{s}^{-1}$ ],  $U$  [-] a  $W$  [-] jsou konstanty charakterizující zkoumaný materiál.

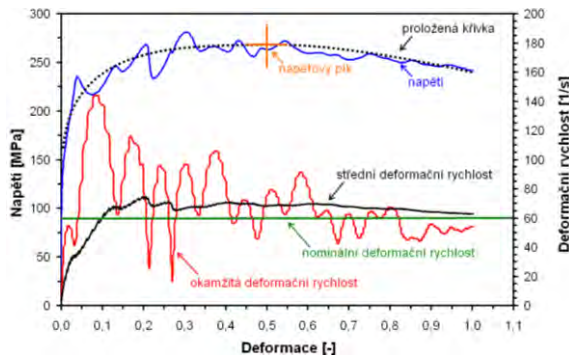
Na obr. 1 je zobrazen příklad napětíových křivek, které byly zjištěny zkouškou jednoosým tlakem při konstantní teplotě deformace 800 °C a při nominálních deformačních rychlostech od 0,02 do 60  $\text{s}^{-1}$ .



Obr. 1 Křivky napětí – deformace při konstantní teplotě deformace 800 °C a při deformačních rychlostech od 0,02 do 60  $\text{s}^{-1}$

Fig. 1 Stress – strain curves at constant deformation temperature of 800 °C and at the strain rates from 0.02 to 60  $\text{s}^{-1}$

Při všech aplikovaných teplotách deformace a při nominálních deformačních rychlostech 12 a 60 s<sup>-1</sup> vykazovaly napěťové křivky nestandardní tvar. V těchto případech bylo velice složité identifikovat napěťový pík a proto musela být získaná napěťová křivka graficky proložena předpokládanou křivkou, jak znázorňuje graf na obr. 2.



Obr. 2 Průběh napětí a deformačních rychlostí při zkoušce jednoosým tlakem (800 °C, nominální deformační rychlost 60 s<sup>-1</sup>)

Fig. 2 Evolution of stress and strain rates at the test by uniaxial pressure (800 °C, nominal strain rate of 60 s<sup>-1</sup>)

Vyhodnocením naměřených výsledků bylo zjištěno, že průběh okamžité deformační rychlosti v těchto případech neodpovídal nastavené nominální deformační rychlosti  $\dot{\epsilon}_{nom}$  [s<sup>-1</sup>] – viz obr. 2. Domníváme se, že velikost skutečné deformační rychlosti v průběhu zkoušky měla zásadní vliv na tvar zjištěných napěťových křivek.

Okamžitá deformační rychlost  $\dot{\epsilon}_{ok}$  [s<sup>-1</sup>] byla definována jako podíl změny deformace a odpovídajícího času:

$$\dot{\epsilon}_{ok} = \frac{\frac{1}{9} \sum_{i=n+1}^{n+9} e_i - \frac{1}{9} \sum_{j=n-1}^{n-9} e_j}{\frac{1}{9} \sum_{i=n+1}^{n+9} t_i - \frac{1}{9} \sum_{j=n-1}^{n-9} t_j} \quad (5)$$

kde změna deformace a času byla určena pro danou hodnotu  $\dot{\epsilon}_{ok}$  jako rozdíl aritmetického průměru devíti následných hodnot deformace  $e_i$  [-], resp. času  $t_i$  [s] a aritmetického průměru devíti předchozích hodnot deformace  $e_j$  [-], resp. času  $t_j$  [s].

Střední deformační rychlost  $\dot{\epsilon}_{stř}$  [s<sup>-1</sup>] byla vyjádřena jako podíl rozdílu aktuální  $e_n$  [-] a počáteční  $e_0$  [-] hodnoty deformace k rozdílu aktuální  $t_n$  [-] a počáteční  $t_0$  [-] hodnoty času:

$$\dot{\epsilon}_{stř} = \frac{e_n - e_0}{t_n - t_0} \quad (6)$$

## Diskuse výsledků

S využitím programu ENERGY 4.0 byla stanovena na základě výsledků zkoušek jednoosým tlakem hodnota aktivační energie a hodnoty dalších materiálových konstant zkoumané oceli. Tyto materiálové konstanty byly určeny zvláště z dat získaných tlakovými

zkouškami provedených v širším rozsahu deformačních rychlostí (od 0,02 do 60 s<sup>-1</sup>) a navíc zvláště z dat, které zahrnovaly užší rozsah deformačních rychlostí (od 0,02 do 2,3 s<sup>-1</sup>). V tomto případě byly zkoumané materiálové konstanty určeny na základě tlakových zkoušek provedených prakticky při analogických parametrech deformace jako v případě již dříve provedených torzních zkoušek [11]. Kromě toho byly hodnoty těchto konstant vyčísleny, v případě výsledků tlakových zkoušek, zvláště pro nominální, okamžitou a střední deformační rychlost.

Výsledné hodnoty zjištěných materiálových konstant dokumentují tab. 2 a tab. 3. Hodnoty aktivačních energií vyčíslené na základě výsledků tlakových zkoušek provedených v užším rozsahu deformačních rychlostí (viz tab. 3), vykazovaly mírně vyšší hodnoty než v případě hodnot aktivačních energií, které byly stanoveny analogickou metodou při stejných teplotách deformace, ale při širším rozsahu aplikovaných deformačních rychlostí (viz tab. 2).

Tab. 2 Materiálové konstanty zkoumané oceli (deformační rychlosti od 0,02 do 60 s<sup>-1</sup>)

Tab. 2 Material constants of investigated steel (strain rates from 0.02 to 60 s<sup>-1</sup>)

	$\dot{\epsilon}_{nom}$	$\dot{\epsilon}_{ok}$	$\dot{\epsilon}_{stř}$
<b>Q [kJ.mol<sup>-1</sup>]</b>	334,52	332,05	341,62
<b>n [---]</b>	4,8264	4,7654	4,9128
<b>α [MPa<sup>-1</sup>]</b>	0,0106	0,0105	0,0105
<b>C [s<sup>-1</sup>]</b>	2,57 . 10 <sup>12</sup>	2,40 . 10 <sup>12</sup>	5,38 . 10 <sup>12</sup>
<b>U [---]</b>	0,02151	0,02072	0,02098
<b>W [---]</b>	0,093	0,095	0,092

Tab. 3 Materiálové konstanty zkoumané oceli (deformační rychlosti od 0,02 do 2,3 s<sup>-1</sup>)

Tab. 3 Material constants of investigated steel (strain rates from 0.02 to 2,3 s<sup>-1</sup>)

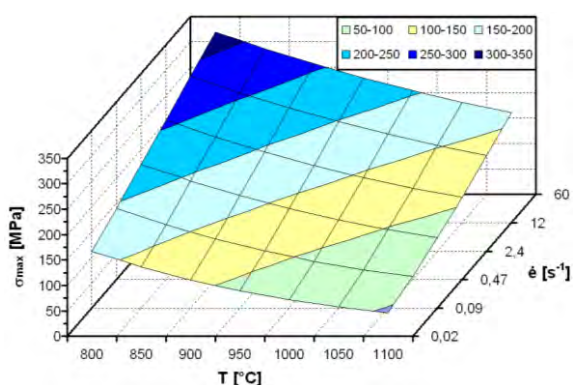
	$\dot{\epsilon}_{nom}$	$\dot{\epsilon}_{ok}$	$\dot{\epsilon}_{stř}$
<b>Q [kJ.mol<sup>-1</sup>]</b>	340,33	343,41	343,38
<b>n [---]</b>	4,563	4,633	4,5734
<b>α [MPa<sup>-1</sup>]</b>	0,0119	0,0116	0,0118
<b>C [s<sup>-1</sup>]</b>	2,18 . 10 <sup>12</sup>	3,79 . 10 <sup>12</sup>	3,04 . 10 <sup>12</sup>
<b>U [---]</b>	0,01137	0,01078	0,01102
<b>W [---]</b>	0,112	0,113	0,112

Jednotlivé typy deformačních rychlostí (nominální, okamžitá a střední deformační rychlost), které byly použity při výpočtech materiálových konstant, prakticky zásadně neovlivnily velikost aktivační energie zkoumané oceli. Pouze v případě výpočtu aktivační energie s uvažováním střední deformační rychlosti byla její hodnota mírně vyšší než v případě výpočtu aktivační energie s uvažováním nominální nebo okamžité deformační rychlosti – viz tab. 2.

V předchozím experimentu [11] byla hodnota aktivační energie zkoumané oceli stanovena na základě výsledků torzních zkoušek, které byly provedeny takřka při analogických podmínkách deformace jako v případě tlakových zkoušek. Jediným rozdílem bylo provedení torzních zkoušek při užším rozsahu deformačních

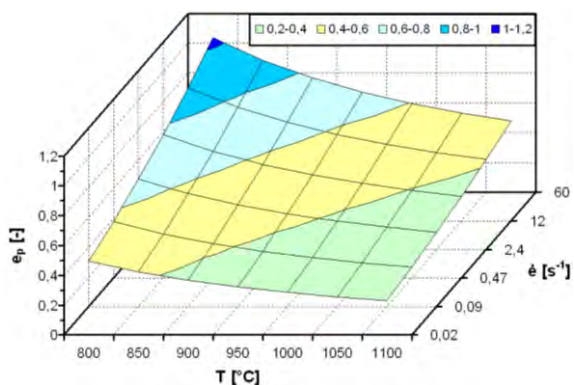
rychlostí, tj. od  $0,02$  do  $2,3 \text{ s}^{-1}$ . Aktivační energie byla v tomto případě vyčíslena za využití středních deformačních rychlostí, které byly zjištěny v průběhu torzních zkoušek a její hodnota byla rovna  $Q = 344,33 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  [11]. Porovnání této hodnoty s analogickými hodnotami představenými v tab. 2 a 3 (vypočtenými s využitím  $e_{str}$ ) konstatuje velmi dobrou shodu aktivačních energií zjištěných na základě výsledků tlakových a torzních zkoušek.

Následně byly, s využitím materiálových konstant vypočtených pro střední deformační rychlosti v rozsahu od  $0,02$  do  $60 \text{ s}^{-1}$  a dle rovnic (3), resp. (4), určeny 3D mapy ve kterých jsou znázorněny závislosti maximálního deformačního odporu, resp. píkové deformace na teplotě a deformační rychlosti (viz obr. 3 a obr. 4).



Obr. 3 Závislost maximálního deformačního odporu na teplotě a deformační rychlosti

Fig. 3 Dependence of the maximal flow stress on the temperature and on the strain rate



Obr. 4 Závislost píkové deformace na teplotě a deformační rychlosti

Fig. 4 Dependence of the peak strain on the temperature and on the strain rate

Velikost píkové deformace  $e_p$  prakticky odpovídá deformaci nutné k zahájení dynamické rekystalizace a proto je možno podle grafu na obr. 4 predikovat pro dané kombinace teplot a deformačních rychlostí počátek dynamické rekystalizace při tváření zkoumané oceli. Při kombinaci vysoké teploty deformace ( $1100 \text{ °C}$ ) a naopak nízké deformační rychlosti ( $0,02 \text{ s}^{-1}$ ) bude k vyvolání dynamické rekystalizace zkoumané oceli potřeba nejnižší velikosti deformace ( $e_p = 0,23$ ).

V tomto případě bude dosaženo i nízkých hodnot maximálního deformačního odporu materiálu – viz graf na obr. 3. V opačném případě ( $800 \text{ °C}$ ,  $60 \text{ s}^{-1}$ ) bude potřeba k vyvolání dynamické rekystalizace zkoumané oceli relativně vyšších deformací, což bude mít za následek dosažení vysokých hodnot  $\sigma_{max}$ , které mohou mít velikost až  $320 \text{ MPa}$ .

Lze tedy konstatovat, že s klesající teplotou a s rostoucí velikostí deformační rychlosti vzrůstají hodnoty píkové deformace a hodnoty maximálního deformačního odporu zkoumané oceli.

## Závěr

Na základě výsledků ucelené sady zkoušek jednoosým tlakem na plastometru Gleeble 3800 bylo hodnoceno deformační chování nízkoalokované oceli 42CrMo4, která je široce využívána ve strojírenství.

Při vyhodnocování výsledků tlakových zkoušek bylo zjištěno, že v jejich průběhu nebyla deformační rychlost zcela konstantní. Z tohoto důvodu byla definována okamžitá a střední rychlost deformace.

Aktivační energie a další materiálové konstanty byly určeny zvlášť pro všechny tři typy deformačních rychlostí (nominální, okamžitá a střední deformační rychlost). Kromě toho byly tyto materiálové konstanty určeny také zvlášť pro dva aplikované rozsahy deformačních rychlostí. Zjištěné výsledky byly porovnány s již dříve určenou hodnotou aktivační energie, která byla vyčíslena na základě výsledků krutových zkoušek provedených, při analogických parametrech deformace jako v případě tlakových zkoušek, na plastometru Setaram [11].

Širší rozsah deformačních rychlostí aplikovaných na tlakovém plastometru měl za následek dosažení mírně nižších hodnot aktivačních energií, než v případě aktivačních energií stanovených v užším rozsahu deformačních rychlostí. Vliv deformační rychlosti, která byla použita při výpočtu (nominální, okamžitá a střední deformační rychlost), na velikost hodnoty aktivační energie byl zanedbatelný. Hodnoty aktivačních energií, získaných na základě výsledků tlakových zkoušek provedených při analogických parametrech deformace jako v případě provedených torzních zkoušek, vykazovaly velmi dobrou shodu.

S využitím vypočtených materiálových konstant byly vytvořeny 3D mapy zobrazující závislost maximálního deformačního odporu, resp. píkové deformace na teplotě deformace a na velikosti deformační rychlosti. Díky nim lze, pro zkoumanou ocel a pro dané termomechanické parametry deformace, predikovat maximální deformační odpor a velikost deformace nutnou k zahájení dynamické rekystalizace.

### Poděkování

Práce byly provedeny v rámci řešení projektů CZ.1.05/2.1.00/01.0040 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum" (v rámci Operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace, financovaného ze strukturálních fondů EU a ze státního rozpočtu ČR) a SP2012/196 – Specifický výzkum v metalurgickém, materiálovém a procesním inženýrství (v rámci Specifického vysokoškolského výzkumu podporovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy ČR).

### Literatura

- [1] HADASIK, E., SCHINDLER, I. *Plasticity of Metallic Materials*. 1. vyd. Gliwice: Silesian University of Technology, 2004. 244 s.
- [2] BOŘUTA, J., et al. Plastometrický výzkum deformačního chování řízeně tvářených materiálů. *Hutnické listy*, 2008, roč. 61, č. 1, s. 80-87.
- [3] <http://gleeble.com/index.php/products/gleeble-3800.html>
- [4] [http://www.wip.pcz.pl/index.php?option=com\\_content&view=article&id=94](http://www.wip.pcz.pl/index.php?option=com_content&view=article&id=94)
- [5] SCHINDLER, I., BOŘUTA, J. *Utilization Potentialities of the Torsion Plastometer*. 1. vyd. Katowice: Silesian Technical University, 1998. 104 s.
- [6] HERNAS, A., HERIAN, J., WYLAŽ, P. Microstructure and properties of hot rolled 42CrMo4 steel charge and rings. *Acta Metallurgica Slovaca*, 2007, roč. 13, č. 1, s. 101-108.
- [7] NÜRNBERGER, F., et al. Isothermal microstructural transformations of the heat-treatable steel 42CrMo4 during heat-treatment following hot-forming. *Steel Research International*, 2009, roč. 80, č. 12, s. 892-898.
- [8] SELLARS, C. M., McTEGARD, W. J. McG. Hot Workability. *International Metallurgical Review*, 1972, roč. 17, č. 158, s. 1-24.
- [9] SCHINDLER, I., et al. Vliv výpočetní metody na hodnotu aktivací energie aluminidu železa při tváření za tepla. *Hutnické listy*, 2012, roč. 65, č. 4, s. 55-59.
- [10] ZENER, C., HOLLOMON, J.H. Effect of strain rate upon plastic flow of steel. *Journal of Applied Physics*, 1944, roč. 15, č. 1, s. 22-32.
- [11] KAWULOK, P., et al. Deformation behaviour of low-alloy steel 42CrMo4 in hot state. In: *Metal 2011*, Conference Proceedings. Ostrava: Tanger Ltd, 2011, s. 350-356.

## Nový jeřáb v Třineckých železárnách

Třinecké železářny: nový jeřáb pro mlýnici strusky. *Technický týdeník*, 2012, č. 22, s. 24

Třinecké železářny uvedly v mlýnici strusky do provozu nový jeřáb o nosnosti 10 t. Pozoruhodné na tom je, že od projektu až po výrobu včetně ovládání je dílem Strojíren Třinec, což je dceřiná společnost Třineckých železáren, která se tím zavedla v dalším oboru.

LJ

## Český podíl na modernizaci ruské válcovny tlustých plechů

Ašinský metalurgický závod: ALTA pomáhá při modernizaci válcovny. *Technický týdeník*, 2012, č. 22, s. 24

Ašinský metalurgický závod v Čeljabinské oblasti v Rusku provádí rozsáhlou modernizaci svých provozů. Modernizaci válcovny tlustých plechů 2800 zajišťují naše engineeringová společnost ALTA, která poskytl své služby i mnohým dalším hutním podnikům v Rusku. Stavební práce vykonává ALTA RUS, což je její dceřiná společnost. Rekonstrukce začala ve 3. kvartálu 2012 a probíhá za provozu. Dokončena by měla být koncem r. 2014. Rekonstruovaná válcovna byla postavena v r. 1952, je tedy v provozu již plných 60 let. Nové ohřívací pece pro ohřev bram dodá naše firma KERTECH. Vlastní válcovací stolici vyrobí Novokramatorský závod na Ukrajině, který dodával stolice pro dříve rekonstruované válcovny 1400 a 1500. Zařízení pro broušení válců dodá italská firma Pomini ze skupiny Tenova. Ohřívací pece a chladničky jsou navrženy tak, aby bylo možné realizovat technologii řízeného válcování. Dále bude instalováno zařízení pro kontrolu kvality kovu a za ním budou postaveny linky pro podélné a příčné dělení plechu. V provozu bude rozsáhlá automatizace. Automaticky bude probíhat ultrazvuková kontrola plechu, jejich vážení i balení. Celkový objem kontraktu činí 330,7 mil. Euro.

LJ

## Vliv řízeného válcování a ochlazování na strukturu a mechanické vlastnosti C-Mn-V-B oceli

### Influence of Controlled Rolling and Cooling on Structure and Mechanical Properties of C-Mn-V-B Steel

Ing. Stanislav Rusz, Ph.D., prof. Ing. Eva Mazancová, CSc., prof. Ing. Ivo Schindler, CSc., Ing. Petr Kawulok, Ph.D., Ing. Rostislav Kawulok, RMTVC, VŠB-Technická univerzita Ostrava, Ing. Zdeněk Vašek, Ph.D., ArcelorMittal Ostrava a.s., Ing. Pavel Šimeček, Ph.D. ITA spol. s r.o., Ostrava

*Cílem práce bylo určit vliv chemického složení oceli, doválcovací teploty a rychlosti ochlazování na strukturní a mechanické vlastnosti laboratorních vývalků, vzniklých jako výsledek laboratorních simulací teplotně řízeného válcování a ochlazování speciálních profilových tyčí. Byla vybrána mikrolegovaná ocel typu C-Mn-V-B. Simulace válcovacího procesu byla realizována na válcovací stolici TANDEM VŠB-TU Ostrava. Bylo zvoleno ochlazování z doválcovací teploty (800, 900 a 980 °C) na vzduchu, anebo zpomalené ochlazování v peci. Parametry laboratorních experimentů vycházely z predikcí ochlazovacích rychlostí, získaných firmou ITA na základě matematického modelování teplotních polí, resp. porovnáváním těchto predikcí s laboratorně naměřenými daty. Před válcováním byl proveden kontrolní rozbor vstupního materiálu (čistota), mikrostrukturní rozbor a na finálních vývalcích byly ještě provedeny i zkoušky tvrdosti (HRB) a vrubové houževnatosti (KCU3) v podélném směru.*

*The aim of the study was to determine the influence of the chemical composition of the steel, finish rolling temperature and cooling rate on the structural and mechanical properties of the products rolled in laboratory conditions, created as a result of laboratory simulations of temperature controlled rolling and cooling of special section bars. The micro-alloyed steel of the type C-Mn-V-B was chosen. Simulation of the rolling process was carried out on the rolling mill TANDEM VŠB-TU Ostrava. We selected cooling from the finish rolling temperature (800, 900 and 980 °C) on air, or decelerated cooling in the furnace. Parameters of laboratory experiments were based on predictions of cooling rates obtained by the company ITA from mathematical modelling of temperature fields, or by comparing these predictions with the data measured in the laboratory. A control analysis of input material (purity), as well as micro-structural analysis were performed before rolling, and the final rolled products were subjected also to the tests of hardness (HRB) and notch toughness (KCU3) in the longitudinal direction. Accelerated cooling on air resulted in higher strength properties (95.9 to 99 HRB) than decelerated cooling in the furnace (93.5 to 97 HRB). The notch toughness KCU3 ranged in the case of cooling on air from 91 to 168 J.cm<sup>-2</sup>, while in the case of decelerated cooling it ranged from 97 to 157 J.cm<sup>-2</sup>. Accelerated cooling from 800 °C led to high level of strength properties to the detriment of plasticity, while slow cooling from the given temperature exhibited the lowest level of strength, even though the parameter KCU3 reached almost the level of 150 J.cm<sup>-2</sup>. The most balanced results were found for the 900 °C with cooling in a furnace, where the strength levels did not fall below 94.5 HRB and the value KCU3 below 103 J.cm<sup>-2</sup>. Slightly worse parameters were measured in the case of slow cooling from 980 °C.*

#### Analýza problému

Konvenční typy ocelí používané pro výrobu speciálních profilových tyčí patří do skupiny ocelí s nízkým anebo středním obsahem uhlíku. Materiály pouze na bázi C-Mn vykazují nižší úroveň pevnostních vlastností anebo je nutno tyto oceli tepelně zpracovávat, což není moderní inženýrské řešení [1]. Při výrobě lze uvažovat i s materiálem na bázi C-Mn-V-B, který je ekonomicky zajímavý. Bór ve formě precipitátu může snižovat jak aktivitu C, tak i N a tím vytvářet předpoklad pro omezení stárnutí oceli. Zvýšená úroveň tažnosti u ocelí s B souvisí s omezením rozpustného dusíku a uhlíku [2, 3]. Při nadbytku B může tento segregovat na hranice austenitických zrn a návazně bránit vzniku feritu podél jejich hranic, a tak vytvářet příznivé podmínky např. pro

možnou transformaci idiomorfního feritu (IDF), který zvedá úroveň plasticity a defakto zjemňuje primární zrna austenitu. Nižší obsah B naopak podporuje rozvoj jemné polygonální struktury feritu. Případný výskyt cementitu o vyšší četnosti, kdy je redukován značně obsah rozpuštěného C, má za následek zlepšení plastické odezvy matrice s přísadou B, i když na úkor pevnostních vlastností [4]. Oceli s přísadou B vykazují nižší hodnoty deformačního zpevnění, což souvisí s omezením deformačního dynamického stárnutí při snížení obsahu volného dusíku [5, 6]. Za předpokladu použití mikrolegující přísady V vedle B a N, lze očekávat i zpevňující efekt [7, 8]. Cílem předložené práce je studium vlivu tvářecích podmínek oceli C-Mn-V-B na finální pevnostní vlastnosti a plasticitu.



## Experimentální materiál a technika hodnocení

Pro vlastní experimenty byl použit po odlití překovaný materiál o průřezu 40x40 mm na průřez 30x30 mm, který vykazoval následující průměrné chemické složení (hm %): 0,17C, 1,26Mn, 0,31Si, 0,012P, 0,012S, 0,08Ni, 0,17Cu, 0,23Cr, 0,007Al, 0,10V, 0,0009B, 0,017N. Před vlastními tvářecími operacemi byl proveden kontrolní rozbor vstupního materiálu, a to jeho čistota (ČSN ISO 4967), včetně rozboru detekovaných částic pomocí SEM JEOL JSM-6490 LV vybaveného RTG analyzátozem EDA, mikrostrukturní rozbor pomocí světelného mikroskopu OLYMPUS IX 70 s programem IMAGE, umožňující měření objemových podílů fází a velikosti zrn (ČSN EN ISO 643). Pozornost byla rovněž orientována na podíl perlitu a řádkovitost (ČSN 420469). Obdobné hodnocení bylo realizováno také pro finálně vyválcovaný materiál. Na něm byly také provedeny jak zkoušky tvrdosti (HRB), tak i vrubové houževnatosti (KCU3) v podélném směru.

## Laboratorní tváření

Simulace tváření proběhly na reverzní dvoustolicové laboratorní trati TANDEM, počítačově řízenou a určenou pro flexibilní experimentální válcování za tepla, která je vybavená několika elektrickými pecemi a sofistikovaným systémem měření povrchových teplot zpracovávaných vzorků pomocí vysokorychlostních teplotních skenerů a přenosných pyrometrů.

Řezáním a frézováním byly z výkovek připraveny vzorky tloušťky 14 mm, šířky 30 mm a délky umožňující po odválcování odběr vzorků pro všechny následné analýzy mikrostruktury i mechanických vlastností. Ploché vzorky byly jednotně předehřívány v elektrické odporové peci na teplotu 1200 °C po dobu 20 minut. Následovalo předválcování třemi průchody na trati TANDEM (pracovní válce průměru 158 mm se otáčely rychlostí 80 min<sup>-1</sup> až 100 min<sup>-1</sup>). Jednotlivé úběry byly charakterizovány těmito výškovými deformacemi a deformačními rychlostmi: 21 % (17 s<sup>-1</sup>) – 22 % (19 s<sup>-1</sup>) – 21 % (21 s<sup>-1</sup>). Před 4. (doválcovacím) úběrem o velikosti 11 % (s def. rychlostí 20 s<sup>-1</sup>) byla zařazena ochlazovací prodleva, během níž rozvalek ochladl na doválcovací teplotu ( $T_{DOV} = 980$  °C, 900 °C nebo 800 °C). Následovalo 20 s vyrovnání teploty vzorku v další peci, vyhřáté na  $T_{DOV}$  a poté vlastní doválcovací úběr. Po něm provalek chladl volně na vzduchu, nebo byl ochlazován zpomaleně, a to při použití dalších dvou elektrických pecí:

Ochlazování z  $T_{DOV}$  980 °C:

- 5 s přesun vzorku do pece při pokojové teplotě
- 90 s v peci o teplotě 750 °C
- 20 s výdrž při pokojové teplotě a přesun do pece
- 240 s v peci o teplotě 450 °C
- dochlazení při pokojové teplotě

Ochlazování z  $T_{DOV}$  900 °C:

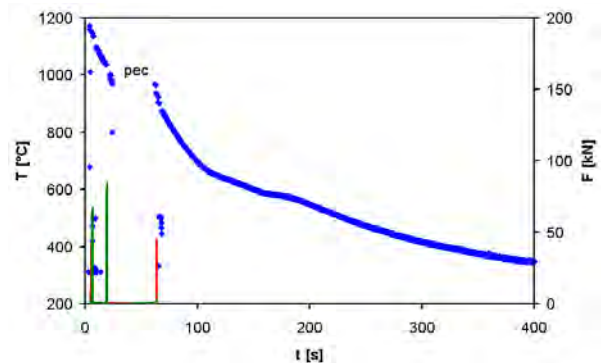
- 5 s přesun vzorku do pece při pokojové teplotě
- 60 s v peci o teplotě 700 °C

- 10 s výdrž při pokojové teplotě a přesun do pece
- 300 s v peci o teplotě 450 °C
- dochlazení při pokojové teplotě

Ochlazování z  $T_{DOV}$  800 °C:

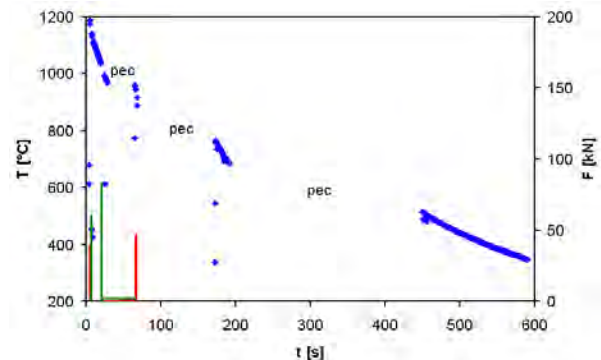
- 5 s přesun vzorku do pece při pokojové teplotě
- 110 s v peci o teplotě 600 °C
- 5 s přesun do pece při pokojové teplotě
- 300 s v peci o teplotě 400 °C
- dochlazení při pokojové teplotě

V grafech na obr. 1 a 2 jsou registrované celkové válcovací síly  $F$  [kN] vyznačeny zelenou a červenou barvou (pro stolici A, resp. B), údaje o teplotě  $T$  [°C] (složené ze všech měřicích míst) pak barvou modrou. Údaje o teplotních změnách během pobytu vzorku v pecích nejsou k dispozici, lze na ně usuzovat jen nepřímo z určených teplotních křivek.



Obr. 1 Příklady záznamů válcovacích sil a teploty vzorků v závislosti na čase  $t$  [s] (doválcovací teplota 980 °C, ochlazování na vzduchu)

Fig. 1 Examples of recordings of rolling forces and temperature of specimens in dependence on time  $t$  [s] (finish rolling temperature 980 °C, cooling on air)



Obr. 2 Příklady záznamů válcovacích sil a teploty vzorků v závislosti na čase  $t$  [s] (doválcovací teplota 980 °C, ochlazování zpomaleně v pecích)

Fig. 2 Examples of recordings of rolling forces and temperature of specimens in dependence on time  $t$  [s] (finish rolling temperature 980 °C, decelerated cooling in furnace)

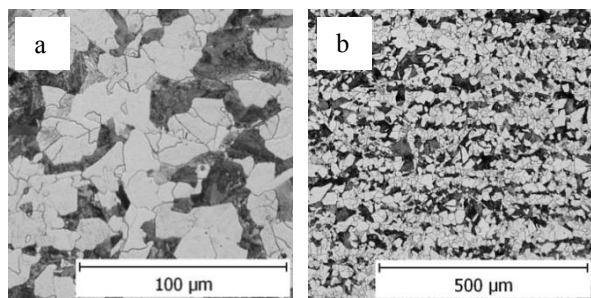
Zpomalené ochlazování laboratorního vývalku mělo simulovat volné ochlazování vybrané části provozně válcované speciální profilové tyče na vzduchu, zatímco volné ochlazování laboratorního vývalku by mělo odpovídat zrychlenému ochlazování vývalku za spolupůsobení ventilátorů. Průměrné rychlosti ochlazování prezentuje v souhrnu Tab. 1.

Tab. 1 Průměrné rychlosti ochlazování mezi  $T_{DOV}$  a 400 °C  
Tab. 1 Average cooling rate between finish rolling temperature  $T_{FR}$  and 400°C

doválcovací teplota ( $T_{DOV}$ ) [°C]	ochlazování na vzduchu [°C·s <sup>-1</sup> ]	zpomalené ochlazování (pec) [°C·s <sup>-1</sup> ]
980	1,9	1,1
900	1,7	0,9
800	1,5	0,7

## Diskuse výsledků

Ve vstupním materiálu se vyskytoval zvýšený obsah oxidických inkluzí, resp. protáhlých, oxisulfidického typu II na bázi zejména Al s přísadou F a minoritně byly detekovány oxidické křemičitanové inkluze a řádky oxidů  $Al_2O_3$  o délce až 40  $\mu m$ . Maximální znečištění odpovídalo stupni A2,5 a C2. Částice B nebyly pomocí SEM vůbec pozorovány. I přes handicap vyšší přítomnosti vměstků, byly inkluze poměrně homogenně distribuovány. Feriticko-perlitická mikrostruktura vykazovala v centrální části rovnoměrné vyloučení perlitu na průměrné úrovni 45 % s maximální velikostí perlitických bloků okolo 36  $\mu m$ . Velikost zrn odpovídala v průměru rozmezí 8,7-9,2  $\mu m$  a řádkovitost, jakožto důsledek kování po odlití, stupni B2, jak demonstruje obr. 3.

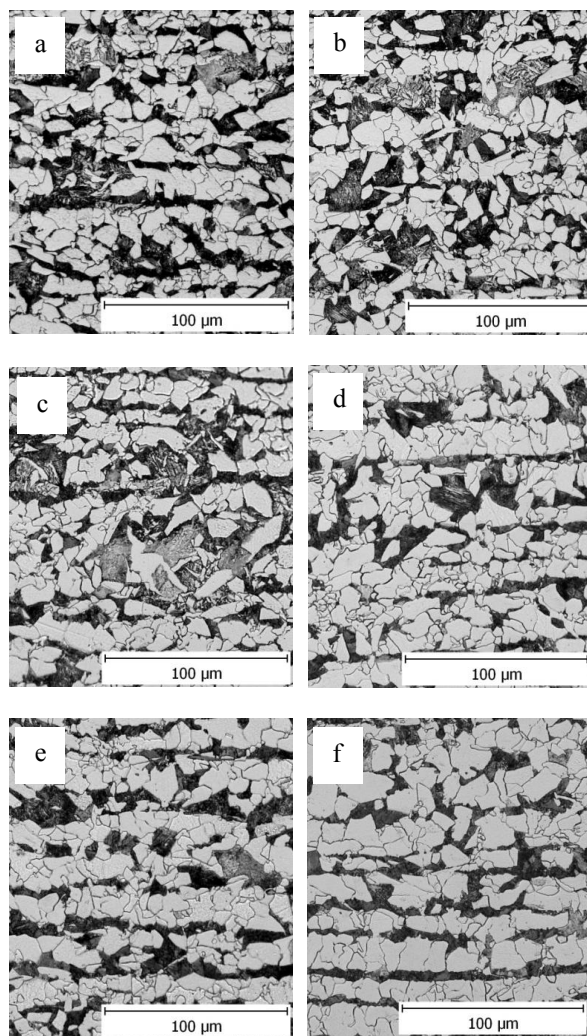


Obr. 3 Mikrosnímek použitého materiálu a) příčný řez, b) podélný řez  
Fig. 3 Micrograph of used material a) transverse section, b) longitudinal section

V Tab. 2 jsou shrnuty všechny zjištěné metalografické parametry finálně válcovaných variant, které byly již zmiňovány v rámci vstupního materiálu. Při ochlazování na vzduchu nevykazují velikosti zrna prakticky žádný rozdíl, zatímco pomalé ochlazování v peci vedlo k významnějšímu zhrubnutí mikrostruktury, zejména pak u varianty L7, jak to také plyne z rychlostí ochlazování pro jednotlivé varianty uvedené v Tab. 1 a také přispělo k nejvyššímu výskytu polygonálního feritu. Mikrostruktury byly tedy tvořeny feritem, perlitem, minoritnějším podílem IDF a acikulárního feritu (AF), který se snižující se rychlostí ochlazování klesal a u variant s pomalým ochlazováním (v peci) nebyl vůbec detekován. Mikrostruktury po doválcování pro všechny varianty ochlazování prezentují obr. 4.

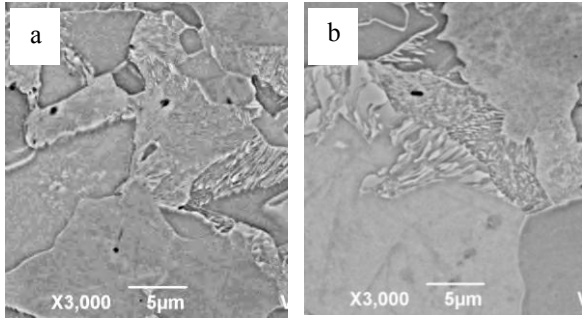
Tab. 2 Dosažené metalografické parametry  
Tab. 2 Reached metallographic parameters

Varianta zpracování	Velikost zrna [ $\mu m$ ]	Podíl feritu [%]	Pásování [stupeň]
L1(980°C/vzd.)	8,0	55,2	2B/4
L2(900°C/vzd.)	8,0	57,1	2B/4
L3(800°C/vzd.)	8,7	56,7	2B/3
L5(980°C/pec)	9,5	58,8	2B/5
L6(900°C/pec)	9,2	57,6	2B/4
L7(800°C/pec)	11,7	62,2	2B/5



Obr. 4 Mikrosnímek po  $T_{DOV}$  a) 980°C/air, b) 900°C/air, c) 800°C/air, d) 980°C/pec, e) 900°C/pec, f) 800°C/pec  
Fig. 4 Micrograph after  $T_{FR}$  a) 980°C/air, b) 900°C/air, c) 800°C/air, d) 980°C/furnace, e) 900°C/furnace, f) 800°C/furnace

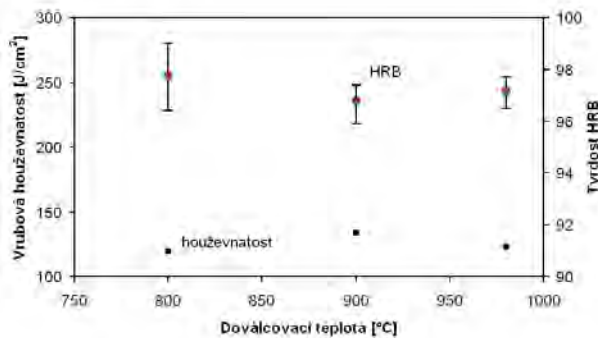
Jak ukázal rozbor mikrostruktur pomocí SEM, byly v maticích detekovány nitridy bóru vyloučené především intragranulárně s rozměrem blízkým 1  $\mu m$ , tedy na hranici detekovatelnosti pro danou techniku, jak ukazuje příklad na obr. 5. Vzhledem k nízkému obsahu přítomného B v oceli lze předpokládat také segregaci B na hranicích zrna austenitu anebo ultra jemnou precipitaci boridů, zejména v oblasti 900°C [9].



Obr. 5 Mikrosnímek po  $T_{DOV}$  800°C a) vzduch, b) pec s částicemi BN

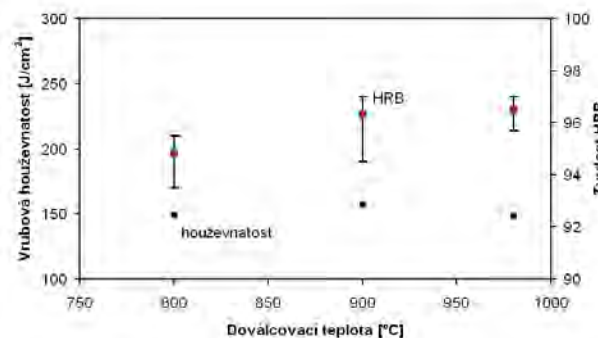
Fig. 5 Micrograph after  $T_{FR}$  800°C a) air, b) furnace with BN particles

Souhrnné výsledky pevnostních vlastností a úrovní vrubových houževnatostí po ochlazení oceli na vzduchu a v peci po třech  $T_{DOV}$  jsou shrnuty na obr. 6 a 7.



Obr. 6 Mechanické vlastnosti v závislosti na  $T_{DOV}$  – ochlazení na vzduchu

Fig. 6 Mechanical properties depending on  $T_{FR}$  - free air cooling



Obr. 7 Mechanické vlastnosti po  $T_{DOV}$  – ochlazení v peci

Fig. 7 Mechanical properties depending on  $T_{FR}$  – cooling in furnace

Při ochlazení na vzduchu nejvyšší průměrná pevnostní úroveň byla registrována při nejnižší  $T_{DOV}$  a nejnižších hodnot bylo v průměru dosaženo při  $T_{DOV}$  900°C. Opačný trend byl zaznamenán u houževnatosti. Nejvyšší zmíněné vlastnosti vykazovala varianta s  $T_{DOV}$  900°C/vzduch, kde pevnostní úroveň neklesla pod 95,9 HRB a KCU3 odpovídala v průměru 134 J.cm<sup>-2</sup>. Při zpomaleném ochlazení byla pevnostní úroveň po  $T_{DOV}$  800°C/pec v průměru nejnižší (min. hodnota odpovídala 93,5 HRB) a také KCU3

vykazovala v průměru 150 J.cm<sup>-2</sup>, prakticky stejně, jako po ochlazení z 980°C. Nejvyšší pevnostní úroveň (min. 94,5 HRB) a zároveň nejvyšší vrubová houževnatost (157 J.cm<sup>-2</sup>) byla detekována při 900°C. Lze říci, že dané varianty zpracování nevedly k hrubému vyloučení B, které by mělo negativní dopad na vlastnosti oceli, i když od cca 950°C proces difúze je značně urychlován, vznikající částice B mohou rychleji hrubnout [2, 9] a to má dopad na snížení plastických vlastností, které byly po  $T_{DOV}$  980°C částečně zaznamenány, jak ukazují obr. 6 a 7. V rámci sledovaných teplot lze obecně říci, že čím je  $T_{DOV}$  vyšší, tím lze očekávat rychlejší segregaci B ve srovnání s nižší teplotou, kdy difúze pro B je méně příznivá [7].

Nejvyšší úroveň zjištěných pevnostních vlastností při nejnižší  $T_{DOV}$ /vzduch lze vysvětlit počáteční precipitací částic VN, resp. VCN, které jsou vysoce nukleabilní pro AF [10], který byl detekován sice minoritně v maticích po ochlazení na vzduchu, ale laťky byly hmotnější u varianty 800°C/vzduch (L3) než u předešlých variant L1 a L2, i když rychlost ochlazení u nich byla vyšší, a tedy příznivější pro vznik AF. U obou výše zmíněných variant detekovaný AF nukleoal nejpravděpodobněji pouze na částicích typu MnSiO<sub>3</sub>, které vznikají za vysokých teplot [11]. Obecně rychlost ochlazení nebyla u žádné varianty vysoká, takže podíly AF byly také velmi nízké. K této skutečnosti mohla přispět i segregace B na hranicích zrn, a tak potlačit transformaci feritu na těchto hranicích a sekundárně podpořit nukleaci AF [8, 11].

U variant se zpomaleným ochlazením, tj. v peci, byly detekovány nepatrně vyšší stupně segregace než u variant ochlazených na vzduchu, jak demonstruje Tab. 2 a obr. 4, které představovaly obecně účinnější překážku pro šíření štěpných trhlin, jak je patrné z vyšší úrovně hodnot KCU3 uvedené na obr. 7.

## Závěr

Simulace válcovacího procesu oceli C-Mn-V-B určené pro speciální profilové tyče byla realizována na válcovací stolici TANDEM VŠB-TU Ostrava při ochlazení z dovalcovací teploty (800, 900 a 980°C) na vzduchu, anebo v peci.

Zrychlené ochlazení na vzduchu vedlo k vyšším pevnostním vlastnostem (95,9 až 99 HRB) než zpomalené ochlazení v peci (93,5 až 97 HRB). Vrbová houževnatost KCU3 vykazovala u první varianty rozmezí od 91 do 168 J.cm<sup>-2</sup>, zatímco u zpomaleného ochlazení to bylo od 97 do 157 J.cm<sup>-2</sup>.

Zrychlené ochlazení z 800°C vedlo k vysoké úrovni pevnostních vlastností na úkor plasticity, zatímco pomalé ochlazení z dané teploty vykazovalo nejnižší pevnostní úroveň, i když parametr KCU3 dosahoval téměř hladiny 150 J.cm<sup>-2</sup>. Roli v daném případě hrály zřejmě difúzní podmínky pro začínající nukleaci jemné precipitace VN, resp. VCN a její hrubnutí, spolu

s rychlostí ochlazování, která podpořila v prvním případě tvorbu AF zřejmě díky segregaci B na hranicích austenitického zrna a zpomalení transformace intergranulárního feritu.

Nejvyváženější výsledky byly zjištěny pro 900°C s ochlazováním v peci, kdy pevnostní úroveň neklesla pod 94,5 HRB a hodnota KCU3 pod 103 J.cm<sup>-2</sup>. Nepatrně horší parametry byly naměřeny pro pomalé ochlazení z 980°C.

#### Poděkování

*Práce byly provedeny v rámci řešení projektu TA01010838 (Technologická agentura ČR), CZ.1.05/2.1.00/01.0040 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum" (v rámci Operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace, financovaného ze strukturálních fondů EU a ze státního rozpočtu ČR) a SP2012/33 (v rámci Specifického vysokoškolského výzkumu na VŠB-TUO podporovaného MŠMT ČR).*

#### Literatura

[1] MAZANCOVÁ, E., HOLEŠINSKÝ, J., VAŠEK, Z. Selected properties of mines supports. In Proc. METAL2012, Ed. TANGER, s.r.o. Ostrava, Brno, 2012, pp. 756-762.

- [2] TANINO, M. *Nippon Steel Tech. Rep.*, 21, 1983, 6, pp 331-337.
- [3] KIM, S.K., KIM, J.S., KIM, N.J. *Met. Mater. Trans. A*, 33A, 2002, 3, pp. 701-706.
- [4] WALLACE, A. *Iron and Steel Technology*, 2, 2005, 10, pp 56-62.
- [5] KARIMI, T., MACCAGNO, T.M., JONAS, J.J. *ISIJ Int.*, 27, 1994, 5, pp. 74-81.
- [6] LOPEZ-CHIPEZ, E. *Mater. Sci. Eng. A*, 460-461, 2007, pp. 464-470.
- [7] CHO, Y.R., KIM, S.I., SEORG, B.S. *Iron and Steel Technology*, 1, 2004, 5, pp. 46-51.
- [8] GARCÍA-MATRO, C. *New developments on metallurgy and applications of high strength steels*. Ed. Asoc. Argentina de Materiales, Buenos Aires, 2008 (CD-ROM).
- [9] WANG, X.M., HE, X.L. *ISIJ Internat.*, 40, 2002, pp. S38-S46.
- [10] BŮŽEK, Z., MAZANCOVÁ, E., MAZANEC, K. Chemicko-metalurgické vlastnosti nekovových inkluzí, jejich vliv na feritickou transformaci a vlastnosti ocelí. In Proc. 21. konf. Teorie a praxe výroby a zpracování ocelí. Ed. TANGER, s.r.o. Ostrava, Rožnov pod Radhoštěm, 2005, pp. 8-13.
- [11] MAZANCOVÁ, E., JONŠTA, Z., MAZANEC, K. *Machine Dynamics Problems*, 30, 2006, 4, pp. 60-67.

Red. pozn.:

V Hutnických listech 2012, roč. LXV, č. 4, s. 40 uvedla redakce za článkem „Influence of Drawing Die Angle on Bunching Process of Steel Wires“ autorů Tittel, V, Zelenay, M. jako jednoho z recenzentů Ing. Jiřího Somerlíka, CSc., M.I.M. Zde došlo k omylu. Platí uvedení recenzenta: Ing. Jiří Somerlík, M.I.M (kde u nás dosud málo frekventovaný titul M.I.M. značí Master of International Manager), jak je též výše uvedeno. Redakce se omlouvá recenzentovi, autorům článku i čtenářům za tento omyl. Shledává však recenzentovy znalosti v oboru za natolik vysoké, že odpovídají jakémukoliv dalšímu titulování.

red.

## Brazilská firma Geradau investuje dále

Geradau continues investing. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 8

Firma Geradau dokončuje svoji prvou širokopásovou válcovnu v Brazílii v závodě Açominas. Měla by být uvedena do provozu koncem r. 2012. Bude mít výrobnost 770 000 t/rok. Druhá část projektu by měla být dokončena v polovině roku 2014, výrobnost by měla dosáhnout 1,1 mil. t/rok. Firma Geradau dále investuje do těžby rud tak, aby se v této oblasti stala soběstačnou. Cílem je zvýšit těžbu na 11,5 mil. t/rok v roce 2014. Počítá se s prodejem části vytěžené rudy. Pro odbyt se hledá vhodný partner.

LJ

## Development of Structure of the Steel X160CrMoV 12 1 at Forging on Radial Forging Machines and on Hydraulic Presses

### Vývoj struktury oceli X160CrMoV 12 1 při kování na radiálních kovacíh strojích a na hydraulických lisech

doc. Ing. Miroslav Greger, CSc., RMSTC, VŠB-Technical University Ostrava, Ing. Jan Kaděra, MSA, a.s., Dolní Benešov

*The article focuses on the influence of selected forming factors and on structure of the steel X160CrMoV 12 1. It is a tool high-alloyed Cr-Mo-V tool steel for exploitation in hot and cold conditions. The steel is characterised by its difficult formability and high resistance to deformation in the whole range of the forging temperatures. The authors compare the structure of the forged rods with a diameter of 250 mm, which were forged on the radial forging machines and on the press CKW 1600.*

*Převážná část nástrojů se stále vyrábí z tvářených nástrojových ocelí. Pro výrobu nástrojů se používají jak oceli nelegované (uhlíkové), tak i nízko až vysokolegované oceli. Podle chemického složení a účelu použití se nástrojové oceli rozdělují na: uhlíkové, legované - pro práci za studena, legované - pro práci za tepla a rychlořezné. Různé druhy nástrojů, spolu s různými provozními podmínkami, vyžadují rozdílné mechanické, fyzikální a technologické vlastnosti ocelí. Základními požadavky na nástrojové oceli jsou: tvrdost a pevnost, houževnatost, odolnost proti popuštění (změkčení), řezivost a odolnost proti opotřebení, prokalitelnost, stálost rozměrů. Uvedené vlastnosti nelze dosáhnout u jednoho typu materiálu. Obvykle je nezbytné volit kompromis mezi navzájem protichůdnými vlastnostmi, jako např. mezi tvrdostí a houževnatostí. Dominantní požadavky na vlastnosti jsou obvykle zajištěny jedním až dvěma hlavními legujícími prvky. Další přísady zmírňují negativní vliv hlavních přísad na ostatní vlastnosti. K nejdůležitějším legujícím prvkům nástrojových ocelí patří: uhlík, mangan, křemík, chrom, nikl, molybden, wolfram a vanad, (kobalt). Zvláštní postavení mezi legujícími prvky zaujímá uhlík a karbidotvorné prvky Cr, W, Mo a V. S rostoucí koncentrací uhlíku, se zvyšuje tvrdost, ale současně klesá houževnatost oceli. Se zvyšujícím se obsahem silně karbidotvorných prvků a tedy i větším obsahem karbidické fáze, vzrůstá otěrovzdornost i odolnost ocelí proti popuštění, a tím i trvanlivost a výkonnost nástrojů, avšak se sklonem k větší křehkosti, resp. menší odolnosti proti tvorbě trhlin, či k prasknutí. Velmi závažným faktorem vysoce legovaných ocelí, je karbidická heterogenita polotovarů, doprovázená nežádoucím karbidickým síťovím, nebo výraznou karbidickou řádkovitostí. V porovnání s konstrukčními oceli vyžadují nástrojové oceli při kování podélných výkovků vyšší stupeň prokování. Kromě vyššího stupně prokování je potřebné zajistit u těchto ocelí strukturní homogenitu s cílem omezení anizotropie vlastností. Úroveň dosahovaných vlastností u nástrojových ocelí, a jejich rozptyl, rovněž závisí na kolísání obsahu hlavních legujících prvků v jednotlivých tavbách, na stupni prokování a velikosti polotovarů s líci strukturou. V článku je věnována pozornost vlivu vybraných činitelů tváření, na strukturu ocelí X160CrMoV 12 1. Jedná se o nástrojovou vysokolegovanou Cr-Mo-V ocel pro práci za tepla a za studena. Ocel se vyznačuje obtížnou tvaritelností a vysokým deformačním odporem v celém rozsahu kovacíh teplot. Je srovnávána struktura výkovků tyčí s průměrem 250 mm, které byly vykované na radiálním kovacíh stroji a na lise CKW 1600.*

Majority of tools is still made from wrought tool steels. So far no other material is able to achieve such a wide range of the required material properties at low costs as steel. The basic requirements to the tool steels are the following: hardness, strength, toughness, resistance to tempering, cutting power, wear resistance, hardenability and dimensional stability. These properties can not be achieved in one type of material. It is usually necessary to choose a compromise between mutually contradictory properties, such as the hardness and toughness. The dominant requirements to properties are usually ensured by one or two major alloying elements. Other additives mitigate the negative impact of the main additives on other characteristics. The most important alloying elements for tool steels include: carbon, manganese, silicon, chromium, nickel, molybdenum, tungsten and

vanadium (cobalt). Tramp elements phosphorus and sulphur deteriorate the properties, and we classify them among impurities. Carbon and carbide-forming elements Cr, W, Mo and V hold an important position among the alloying elements. The increasing concentration of carbon increases hardness, but it also decreases toughness of the steel. The increasing content of strongly carbide-forming elements and therefore higher content of carbidic phase increases resistance to abrasion, as well as resistance of steels to tempering, and thus the durability and performance of tools, but with a tendency to be more brittle, or with smaller resistance to cracking or to bursting. Carbidic heterogeneity of blanks made of high alloyed steels, such as high-speed steels, is an important factor, accompanied by undesirable carbidic mesh or by

distinct carbide banding. Tool steels, in comparison with the structural steels, require at forging of longitudinal forged pieces higher degree of forging than it is expressed by the well known equation:

$$PK = A^n \cdot P^n \cdot K \geq 3 \quad (1)$$

The third degree of forging ensures that in the ingot the internal discontinuities were closed and the cast structure was destroyed. In case of the tool steels it is, however, required to achieve a refinement of carbides, which requires even higher degree of forging. In addition to a higher degree of forging it is necessary to ensure the structural homogeneity of these steels in order to reduce an anisotropy of properties. The level of the obtained properties in tool steels and their scatter depend on variations in the content of the main alloying elements in individual heats, on the degree of forging and on the size of blanks with cast structure. Quality of the blanks depends on the suitable metallurgical treatment and on the level of the steelmaking technology (e.g. secondary metallurgy refining and alloying, vacuum casting, etc.)

### Structure of as-cast tool steels

Structures of tool steel in the as-cast state have quite diverse appearance, often with very different distribution of individual components. The most common structures are formed by a mixture of coarse ledeburite and eutectics. Depending on the chemical composition various types eutectics are formed in the tool steels. Tungsten steels form almost exclusively a skeleton eutectics. Carbide phase is formed by the  $M_6C$  carbides, and on the other hand the tungsten alloyed steels with an increased contents of Mo and C form a fan-shaped eutectics, when the carbide phase is formed by the  $M_2C$  carbides. Eutectic carbides are highly stable within the range of the forging temperatures. Mechanical destruction and physico-chemical changes of the shape and size of the eutectic lamellas to a globular shape take place as a result of hot deformation.

Hot deformation changes also the character of eutectic mesh and the shape of segregations. Fine carbide bands are being formed from the eutectic mesh. The shape of segregations is being changed similarly as the shape of the basic matrix. Their cross-section is reduced and their length is increased.

The shape and size of individual eutectic carbides depends on many factors, mainly on the chemical composition. The size of carbides is affected by the temperature and by duration of prior to forming, by temperature of forming, by magnitude of deformation and by strain rate. Carbides of tool steels can be from the viewpoint of their formation divided into primary (carbide structures crystallising from the melt) and secondary (carbides forming from the solid phase). The

primary carbides segregate from the liquid phase. They create usually a complex structural system:

- a) complex carbide of the type MC. Tungsten is usually the main element. The carbide may have different chemical composition, which depends on the amount of alloying elements and the conditions of solidification.
- b) complex carbide  $M_2C$  occurs in the high alloyed tool steels with higher Mo contents. Its distribution in the structure is heterogeneous. The clusters may still contain the carbides of the MC type, e.g. the carbide VC is formed in the steels alloyed with vanadium.

The secondary carbides are segregated from austenite in the following modifications: complex carbides of the type  $M_{23}C_6$ , where also other carbide-forming elements are formed apart from the prevailing share of Fe and Cr. In the steels alloyed by high content of chromium they have an approximate composition  $Fe_{15}Cr_8C_6$ . And finally complex carbide of the type  $M_3C$ , in which Fe is the main component. The carbide segregates mostly during transformation of austenite to martensite. The last type is the carbide MC, which is usually segregated in primary carbides or which is created by disintegration of the complex carbide  $M_{23}C_6$ . This carbide has also different chemical composition and its existence is related to the temperature, cooling rate and the amount of vanadium in steels. Composition of individual carbides and conditions of their formation are a function of time, temperature and concentration carbide-forming elements. It means that existence of different types of carbides and conditions of their formation in single variant of chemical composition of the steel are quite variable. We therefore cannot expect that the given type of steel will always have carbides with exactly the same chemical composition.

### Formability of tool steels

Tool steels belong to the steels with reduced plasticity (formability). Deterioration of formability is linked to the segregation of brittle eutectic phase along the grain boundaries, especially in steels in the as-cast state. The formability increases during the forging with the increasing degree of destruction of eutectic mesh. The formability of the tool steels decreases with the increasing degree of alloying. The formability decreases in the tool steels at the places of segregation, containing higher amount of carbon, due to decrease of the melting temperature. These factors influencing the formability of high alloyed steels are a function of the following physico-chemical factors: the type of crystalline structure, purity of grain boundaries, inter-atomic forces in the crystal, structural construction, the temperature factor.

The above mentioned factors are dependent on the strain rate, magnitude of deformation, unevenness of deformation.

It is evident from the above, that the formability during forging of steel may vary due to the altered plasticity of

the blank, to the changed external conditions during deformation or to the changed properties of the forged steel. Characteristic properties of the Cr-Mo-V steel can be described as follows: they are characterised by high resistance to deformation, reduced formability; high resistance to deformation, reduced formability and uneven deformation contribute to the formation of surface and internal cracks, this type of steel significantly strengthens at low temperatures of finish-forging. The higher is the strain rate, the greater is the strengthening and reduction of the formability. As a consequence of large quantity of segregations the Cr-Mo-V steels are susceptible to overheating; they can be included among air-hardening steels and they are therefore susceptible to formation of chilling cracks. During heating to the top forging temperature a surface decarburisation takes place.

One of the decisive factors influencing the resistance to deformation and formability is the state of stress influencing the conditions of forging. The highest formability is achieved at the state of compressive stress with exclusion of tensile stresses, which are the main cause of failure of the forged piece at forming. The stress state during forging is a result of a complex effect of stress from burdening forces and from additional stresses induced by an external friction and by uneven deformation [1]. The stress state during free forging can be expressed in different ways [2], e.g. with use of the mean indicator of the stress state  $v_s$ :

$$v_s = \frac{\sigma_s}{\sigma_p} = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3(\sigma_1 - \sigma_3)} \quad (2)$$

where  $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  are the main stresses,  $\sigma_s$  is an octahedral stress and  $\sigma_p$  is resistance to deformation of the forged steel.

The marginal formability increases with the decreasing value  $v_s$ . The highest formability is achieved when the relationship:  $\sigma_1 = \sigma_2$  is valid. At forging on the flat anvils the main stress acts in the direction of the main principal changes of the shape. The compressive stress  $\sigma_h$  in the direction of the decreasing height:

$$\sigma_h = \frac{F_k}{l_z \cdot b_s} \quad (3)$$

where  $F_k$  is the forging force [N],  $l_z$  is the length of action [mm],  $b_s$  is the mean width of the elongated bar [mm].

The stress  $\sigma_l$  acts in longitudinal direction (in the direction of elongation):

$$\sigma_l = 0,5 \left( \mu \cdot \sigma_p \cdot \frac{l_z}{h_o} \right) \quad (4)$$

where  $\mu$  is a friction coefficient and  $h_o$  is the height of the elongated bar.

The following relation is used for calculation of the stress in the direction of the width:

$$\sigma_b = 0,5 \left( \mu \cdot \sigma_p \cdot \frac{b}{h} \right) \quad (5)$$

If the spreading is limited by the shape of anvil (e.g. at elongation on the machines GFM), it is then possible to use for forging of round bars the following relation:

$$\sigma_b = \frac{F_b}{l_z \cdot d} \quad (6)$$

where  $F_b$  is the forging force in the direction of the width of the forged piece [N],  $d$  is the diameter of the forged piece [mm].

At elongation in industrial conditions of forging; shops the rate  $\sigma_s/\sigma_p$  may vary within the interval from + 0.5 to -2, i.e. from the prevailing tensile state to a distinctive compressive state of stress.

## Effects at forging of the steel X160CrMoV 12 1

Our next investigation was focused on the steel X160CrMoV 12 1. Chemical composition of the steel X160CrMoV 12 1 is shown in Table 1.

Tab. 1 Chemical composition of the steel X160CrMoV 12 1 in wt. %

Steel grade	C	Mn	Si	Cr	Mo	V
	[%]					
EN 96-79 X160CrMoV121	1.45	0.20	0.22	11.70	0.50	0.25

During forming surface and internal defects are being formed for two main causes. The defects can be transferred to the forged piece from the ingot, or the defects arise during forging as a result of unsatisfactory state of stress and uneven deformation. Plastic deformation during forging is always uneven. The causes of uneven deformation can be divided into internal and external.

Internal causes comprise heterogeneity of the chemical composition, diverse orientation of crystals, defects in crystalline structure, existence of foreign impurities in the basic matrix. Furthermore, it is an uneven temperature of the forged steel when the middle, or surface layers may have considerably different temperature.

External factors causing uneven deformation may comprise contact friction or low external energy of deformation, which, together with high resistance to deformation of steel causes the fact that penetration of deformation affects only the surface areas.

In the central parts of the formed piece are for this reason generated large tensile stresses [3]. Tensile stresses are the most common initiators of defects,

especially at forming of the cast structure [4]. Uneven deformation during forging depends significantly on the geometric shape of the deformation zone.

At elongation with use of flat anvils (elongation on ordinary forging presses), the magnitude of uneven deformation is the function of: the relative length of the stroke ( $l_z/h_o$ ), relative reduction  $\Delta h/h_o$  and the shape indicator of the cross-section ( $b_o/h_o$ ). Elongation by small relative length of stroke achieves the maximal intensity of elongation and the number of passes is minimal.

On the other hand, in the case of small relative stroke the number of working strokes increases. The optimum performance is achieved at  $l_z/h_o = 0.5$ . In the case of small relative length of stroke a small area hindered deformation exists and tensile stresses are generated in the axis of the elongated forged piece, see Figure 1 That's why at forging of large ingots, which cannot be rammed, it is appropriate to use  $l_z/h_o = 0.5$  to 1.

The chosen value  $l_z/h_o$  determines formability of the steel [5]. It proved like suitable for forging of large ingots in order to cant only when the ratio  $b_i/h_i = 1.8$  to 2 was achieved. The axial part is forged the best on the low flattened piece. This procedure cannot be recommended for forging of steels with reduced formability. After canting the flattened piece is forged upright and tensile stresses develop on the lateral surface.

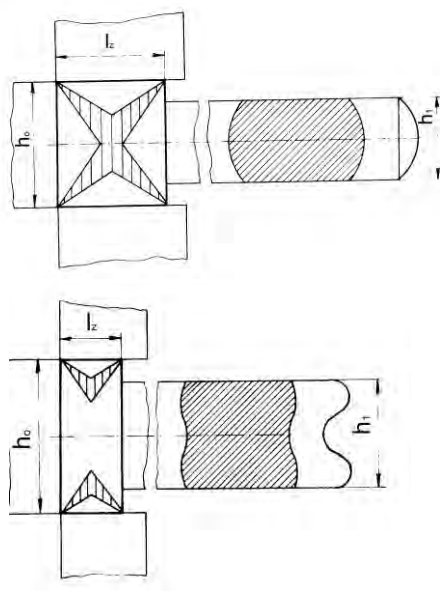


Fig. 1 Diagram of elongation on straight anvils with big (a) and small (b) relative length of stroke  
Obr. 1 Schéma prodlužování na rovných kovadlech s velkou (a) a (b) malou poměrnou délkou záběru

Elongation by shaped anvils is advantageous particularly for the forged pieces of circular section with reduced formability. During forging in the zone of deformation the compressive stresses prevail.

## Influence of the tools' shape on evolution of steel structure

An analysis of the structure of the forged bars on the press CKW 1600 and on the radial forging machine was performed. It concerned assessment of the microstructure, micro-purity, grain size, presence of porosity, cracks and inclusions [5]. The bars were forged from the ingots K21 to approximately the same diameter. The degree of forging calculated with use of the equation (1) reached the value of 3.5.

Macrostructure was assessed (see Figs. 2-6) and microstructure in the selected areas of the cross section, i.e. in the sub-surface areas and at the distance of 0.25 D and 0.5 D of the bar diameter (Figs. 4, 5 and 7), as well as the overall distribution of primary carbides in the structure (Fig. 8).

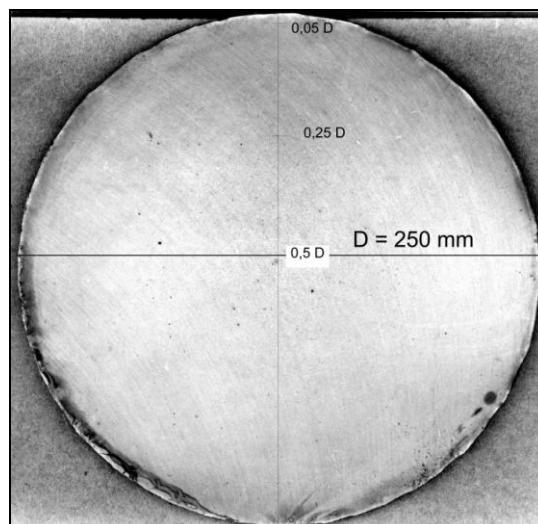


Fig. 2 Macro-structure of the steel X160CrMoV 12 1 (EN 96 79), after forging on the radial forging machine: degree of forging  $K = 3.5$  (ingot K21, bar diameter 250 mm).

Obr. 2 Makrostruktura oceli X160CrMoV 12 1 (EN 96 79), po kování na radiálním kovací stroji: stupeň prokování  $K = 3,5$  (ingot K21, průměr tyče 250 mm).

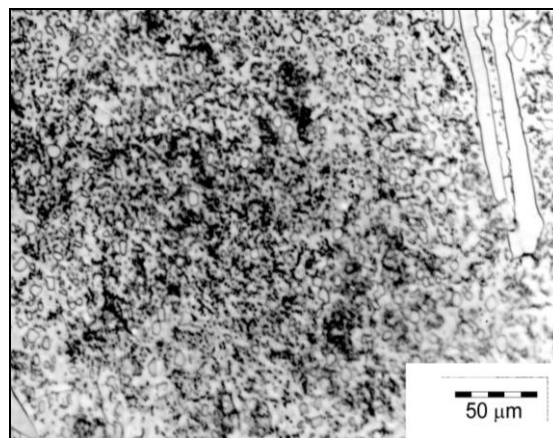


Fig. 3 Structure of the steel X160CrMoV 12 1 (EN 96 79) after forging on the radial forging machine: degree of forging 3.5 (ingot K21, bar diameter 250 mm, sub-surface area)

Obr. 3 Struktura oceli X160CrMoV 12 1 (EN 96 79), po kování na radiálním (prodlužovacím) kovací stroji: stupeň prokování 3,5 (ingot K21, průměr tyče 250 mm, podpovrchová oblast)



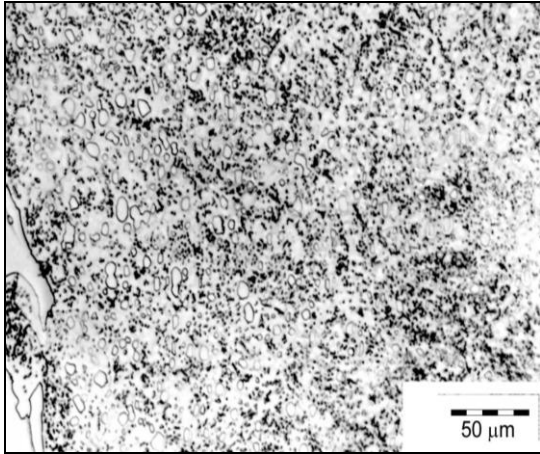


Fig. 4 Structure of the steel X160CrMoV 12 1 (EN 96 79) after forging on the radial forging machine: degree of forging 3.5 (ingot K21, bar diameter 250 mm, distance 0.25 D from the surface)

Obr. 4 Struktura oceli X160CrMoV 12 1 (EN 96 79) po kování na prodlužovacím stroji, stupeň prokování 3,5 (ingot K21, průměr tyče 250 mm, vzdálenost od povrchu 0,25 D)

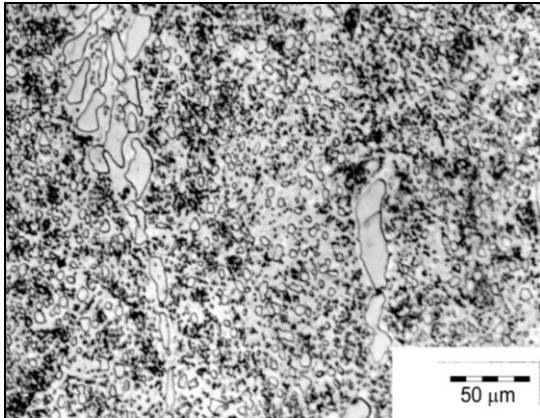


Fig. 5 Structure of the steel X160CrMoV 12 1 (EN 96 79) after forging on the radial forging machine: degree of forging 3.5 (ingot K21, bar diameter 250 mm, distance 0.5 D from the surface)

Obr. 5 Struktura oceli X160CrMoV 12 1 (EN 96 79) po kování na prodlužovacím stroji: stupeň prokování 3,5 (ingot K21, průměr kulatiny 250 mm, vzdálenost od povrchu 0,5 D)

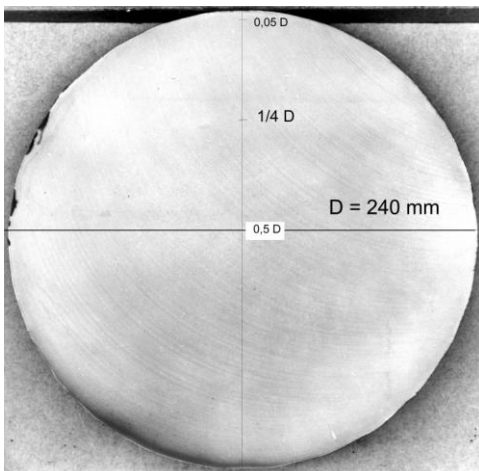


Fig. 6 Macro-structure of the steel X160CrMoV 12 1 (EN 96 79) after forging on the press CKW 1600: K = 3.5 (ingot K21, bar diameter 240 mm)

Obr. 6 Makrostruktura oceli X160CrMoV 12 1 (EN 96 79) po kování na lise CKW 1600: K = 3,5, ingot K21, průměr kulatiny 240 mm.

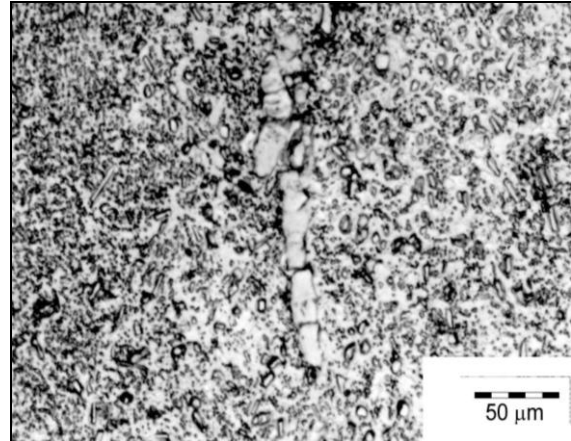
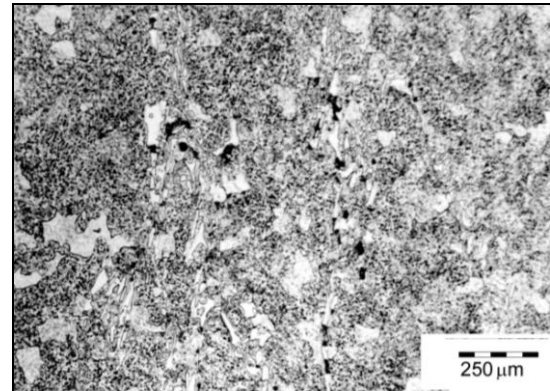
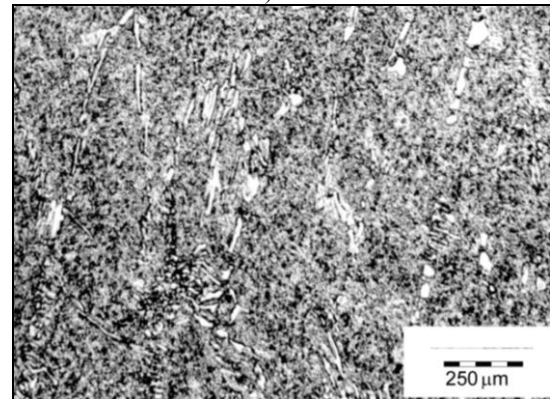


Fig. 7 Structure of the steel X160CrMoV 12 1 (EN 96 79), after forging on the press CKW 1600: degree of forging 3.5, ingot K21, round bar diameter 240 mm, distance 0.25 D from the surface.

Obr. 7 Struktura oceli X160CrMoV 12 1 (EN 96 79), po kování na lise CKW 1600: stupeň prokování 3,5, ingot K21, průměr kulatiny 240 mm, vzdálenost od povrchu 0,25 D.



a)



b)

Fig. 8 Distribution of carbides along the cross-section of the bar after forging: a) on the radial forging machine; b) on the press CKW 1600

Obr. 8 Rozložení karbidů po průřezu tyče po vykování na: a) prodlužovacím stroji; b) na lise CKW 1600

## Summary and discussion of the achieved results

Structural homogeneity along cross-section of the forged round bars depends not only on metallurgical properties of the input blank, but also on the type of used forming machine. Comparison of macro-structure of bars (Fig. 2 and Fig. 6) revealed that at forging on the

press at the same degree of forging the porosity in axial parts of the forged bar is closed more perfectly. The reason for this is higher share of shearing deformation in this area at forging on hydraulic press. Another possible cause of this difference is probably also the higher degree of forging on the press. The calculation of the degree of forging according to the relation (1) is based on the share of cross-sections  $K = S_o/S_k$ . At forging on the press with use of the scheme square – rectangle – square - circular section the spreading takes place. However, the value of the increment of the degree of forging at the shape changes square – rectangle is according to the relation (1) not included into the overall degree of forging. For calculation of the degree of forging in individual passes it is possible to use also the equation [6]:

$$K = \frac{1}{1 - \varepsilon(1 - f)} \quad (7)$$

where:  $\varepsilon$  is relative deformation,  $f$  is indicator of spreading ( $f = 0.19$  to  $0.5$ ).

When summing the individual degrees of forging according to the equation (7) we get the overall degree of forging  $K_\Sigma$  higher than the quoted value  $K = 3.5$  that was calculated according to the relation (1).

Another cause may consist in the fact that at forging on the radial forging machine a universal pressure acts only at the final stage of forging. Figure 9 gives the explanation. At the beginning of forging the anvils embrace the perimeter only partly. At the places, where the anvils do not touch the perimeter, compressive stress develop.

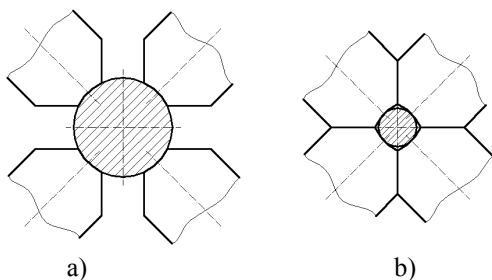


Fig. 9 Contact area of the anvils with the forged bar: a) at the beginning, b) at the end of elongation on the extension forging machine

Obr. 9 Kontaktní plocha kovádel s kovanou tyčí: a) na počátku, b) na konci prodlužování na prodlužovacím kovacím stroji

Results of metallographic analysis prove that internal non-integrities in the steel structure may be formed under influence of: change of volume of liquid and solid phase, carbide segregates and micro-cracks in the segregates [7, 8]. In the steel of the type Cr-Mo-V the prevailing part of shrinkage porosities is transferred into the forged piece from the ingot and it can be removed only at the degree of forging  $K > 4.5$ . Forging on the extension machine is characterised by more favourable state of stress than in the case of forging on the press, but with smaller share of shearing deformations, which, however, are the decisive factor for closing of non-integrities. Micro-structure on Figs. 3 to 6 and 7, 8 is formed by basic matrix (ferrite, sorbit), in which

massive particles of primary carbides are situated. Comparison of micro-structure of the bars forged on the extension machine and on the press CKW 1600 (see Figs. 3 and 7) makes it possible to predict in structure of the steel forged on the forging machine more massive primary carbides [9]. Grain size on both figures varies around the 7 (according to the ASTM).

## Conclusions

Structure of the forged bars made of the tool steel EN X160CrMoV 12 1 is influenced both by the forging technology and by technology of production of input blanks – ingots. In order to achieve high quality of structure it is necessary to choose a suitable shape and dimensions of anvils in dependence on the selected forging machine. Quality of structure achieved by forging depends in great extent, namely at the degrees of forging around  $K = 3$ , on the quality of the cast – primary structure of the ingot. More perfect forming of the structure can be achieved by forging with higher share of shearing deformations.

## Acknowledgements

*The results were obtained at solution of the project of the Regional Materials Science and Technology Centre (RMSTC), reg. No. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 with financial support of the MŠMT and EU, and at solution of the research and development project of the MPO ČR, TIP reg. No. FR-TI2/117.*

## Literature

- [1] ELFMARK, Jiří. *Tváření kovů [;Metals forming]*. 1<sup>st</sup> edition. Praha: SNTL, 1992. 528 pp.
- [2] FILA, P., BALCAR, M., MARTINEK, L. et al. Development of new types of tool steels designed for forging dies. *Kovárenství*, 2010, September, No. 38, pp.11–14.
- [3] BALA, P., KRAWCZYK, J. Transformations during quenching and tempering of hot-work tool steel. *METAL 2009*, 19. – 21. 5 2009, Hradec nad Moravicí: Tanger 2009, CD ROM.
- [4] SALLIT, I., RICHARD, C., BÉRANGER, G. et al. Experimental study of wear behaviour of hot forging tool steels under dry conditions 40CrMoV13. *Tribology Letters*, 2002, Vol. 12, No. 3, pp. 147-152.
- [5] STEBLOV, A.B., LENARTOVICH, D. V., PONKRATIN, E. I. New steel for hot-forging dies. *Metallurgist*, 2006, Vol. 50, No. 1–2, pp. 61-64.
- [6] DOMBLESKY, J.P., RAJIV, S. Development and validation of finite element model for multiple-pas radial forging. *Journal of Materials Processing Technology*, 1995, Vol. 55, Iss. 3–4, pp. 432-441
- [7] GREGER, M. et al. Vybrané zásady kování nástrojových a ušlechtilých ocelí [Selected principles of forging of tool and noble steels]. *Kovárenství*, 2007, No. 32, s. 15-18.
- [8] VRTÍLKA, S. Vliv kování na vlastnosti nástrojových ocelí. (Influence of forging on the properties of tool steels). DP. VŠB-TU Ostrava, 1992, 133 s.
- [9] GREGER, M., KIML, K., JÍLEK, L. et al. Forging parameters influence on structure of X165CrMoV12 steel. *Kovárenství*, 2008, No. 32, pp. 22-27.

Review: Ing. Ladislav Jílek, CSc.  
Ing. Jiří Petržela, Ph.D.

## Využití plastometrických zkoušek pro stanovení disipace energie a znázornění procesních map

### Application of Plastometric Examinations for Assessment Dissipation Energy and Visualization Processing Maps

prof. Ing. Jiří Klíber, CSc., Ing. Tomáš Kubina, Ph.D., Ing. Lenka Kunčická, Ing. Martina Berková, Ing. Jaromír Horsinka, RMTVC, VSB-Technická univerzita Ostrava, Ing. Josef Bořuta, CSc., MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM, s.r.o., Ostrava

*Tvařitelnost oceli P91 (9Cr), z hlediska efektivity disipace energie a nestability procesu, byla sledována na základě výsledků spojitého zkoušek na plastometrech. Byl použit krutový plastometr SETARAM, na kterém byly provedeny zkoušky v rozsahu teplot 1223–1473 K a rychlostech deformace 0,0965–1,53 s<sup>-1</sup>. Současně na téže oceli byly provedeny spojité zkoušky na plastometru Gleeble, v rozsahu teplot 1073–1533 K a rychlostech deformace 0,01–10 s<sup>-1</sup>. Výsledky ze Setaramu byly zpracovány za pomoci programů Sigmacon a Gnuplot použitím sinh vztahu pro stanovení velikosti deformace a deformační rychlosti z počtu otáček a rychlosti kroucení. Protože rozsah zkoušení z plastometru Gleeble nepostačoval pro kvalitní stanovení disipace energie, byla provedena matematická analýza se stanovením aktivační energie, a z toho pak přepočítáno na deformační rychlost o jeden řád vyšší a jeden řád nižší. Při zvolených hodnotách deformace 0,3; 0,5; a 0,7 byly stanoveny nejprve hodnoty citlivosti rychlosti deformace, tj. parametr  $m$ . Následně pak z toho byla vypočtena hodnota efektivity disipace energie – parametr  $\eta$  a konečně i parametr nestability deformace – hodnota  $\xi$ . Tyto parametry byly porovnány v grafech závislosti teploty na logaritmu rychlosti deformace a byly hodnoceny při všech třech vybraných velikostech deformace. Superpozicí plošné mapy efektivity disipace energie a nestability byly získány v jednom případě oblasti nestability deformace.*

*On the basis of the results of continuous plastometric tests, the formability of the P91 (9Cr) steel (energy dissipation effectiveness and instability of the process) was observed. A torsion plastometer SETARAM, on which tests in temperature scale 1223–1473 K and strain rate range 0,0965–1,53 s<sup>-1</sup> were performed, was used. Using a Gleeble plastometer, in temperature scale 1073–1533K and strain rate range 0,01–10 s<sup>-1</sup>, the continuous test with the P91 steel were made as well. The results from the Setaram plastometer were further elaborated using the Sigmacon and Gnuplot software, the sinh formula was applied for calculation of strain and strain rate from number of revolutions and torsion rate values. By reason that range of testing on the Gleeble plastometer was not sufficient for a high-quality computation of energy dissipation, a mathematical analysis with activation energy calculation was performed, then a recomputation on one higher and one lower strain rate was made.*

*For the chosen strains 0,3; 0,5; and 0,7; energy dissipation sensitivity – the  $m$  parameter – was calculated at first. Then the value of energy dissipation effectiveness – the  $\eta$  parameter – and finally the deformation instability parameter – the  $\xi$  parameter – were computed. These relations were depicted in relations of temperature on strain rate logarithm. Those areas were evaluated on all of the three strain values. By superposition of the energy dissipation effectiveness and the instability surface map the deformation instability area in one example was created.*

Zpracovatelnost a tvařitelnost materiálu je závislá na schopnosti materiálu plasticky se deformovat během procesu tváření bez jeho porušení. V [1] je uveden poznatek, že podle autorů Prasad a Sasidhara, kteří se věnují procesním mapám, se tvařitelnost skládá ze dvou nezávislých složek: vnitřní tvařitelnosti, která je ovlivněna vývojem mikrostruktury při specifických podmínkách daného procesu, a vnější tvařitelnosti, která je ovlivňována geometrií pásma deformace a napěťovými podmínkami při tváření. Vnitřní tvařitelnost také závisí velkou měrou na původní mikrostrukturu materiálu.

První v praxi využitelnou procesní mapu tedy sestrojili

až v roce 1997 Prasad a spol. [1,2]. V posledních letech se pro analýzu tvařitelnosti materiálu začaly procesní mapy využívat a jejich použití se stále rozšiřuje. Staly se vhodným nástrojem pro návrh a optimalizaci tvářecího procesu za tepla pro nové i pro již používané slitiny [3,4]. Jsou využívány jak při tváření ocelí (především těžko tvařitelných – korozivzdorné, dvojfázové atd.), tak i slitin neželezných kovů (hliníkové, hořčíkové, niklové, titanové slitiny atd.). Některé slitiny mohou být velmi těžce tvařitelné a pomocí procesních map je možno navrhnout nejlepší možné řešení způsobu jejich zpracování. Popisují nejen vývoj mikrostruktury, ale také definují vhodný teplotní rozsah a deformační rychlost pro daný proces [5-10].

Ocel P91 (9%Cr) je v oblasti tváření austenitická. Přesto zvýšený obsah chromu, který podporuje feritotvornou oblast může způsobovat při tváření potíže. Tato ocel je využívána zejména při výrobě trubek pro použití v energetickém průmyslu. Průběhy napětí-deformace při různých teplotách tváření a při odlišných rychlostech deformace nemají vždy zcela symetrický průběh. Vyhodnocovat tvařitelnost pouze z těchto křivek na základě znalostí pouze závislosti napětí v oblasti zpevnování materiálu příp. při dosažení píkové hladiny s počátkem vzniku dynamické rekrytalizace, neposkytuje úplné údaje o efektivitě a bezpečnosti tváření. Ukazuje se, že procesní mapy sestavené na základě znalostí účinnosti disipace energie a následně také nestability procesu mohou poskytovat informace o oblastech, ve kterých je tváření doporučováno a naopak o oblastech, ve kterých dochází k možné nestabilitě procesu. Tyto procesní mapy také mohou naznačit oblasti vzniku zejména dynamické rekrytalizace, ale také ve specifických případech, v součinnosti i s metalografickým studiem např. na oblasti existence deformačních dvojčat apod.

## 1. Disipace energie, procesní mapy

Disipaci energie při tváření charakterizuje bezrozměrná proměnná, účinnost disipace energie  $\eta$ . Tu využívá jako klíčový prvek jeden z nejrozšířenějších modelů, dynamický materiálový model (DMM - DynamicMaterial Modelling). Při tváření za tepla probíhají u kovových materiálů určité metalurgické děje. Některé z nich mají pozitivní vliv na mikrostrukturu a některé negativní. DMM je primárně zaměřeno na lokalizaci dynamické rekrytalizace (DRX), pro její mimořádný význam ve tváření [11].

Závislost napětí na deformační rychlosti za dané teploty je určena křivkou a závislost citlivosti plastického toku k deformační rychlosti je vyjádřena jako funkce deformační rychlosti [12]. Procesní mapa vzniká sloučením mapy disipace energie a grafů oblastí nestability, které jsou základem DMM při různých teplotách a deformačních rychlostech. Procesní mapa tak znázorňuje oblasti, při kterých je vhodné materiál tvářet, a naopak oblasti, při kterých může být již tváření pro daný materiál nebezpečné. Při tváření v nevhodných oblastech dochází ke snížení mechanických vlastností materiálu, nebo dokonce k jeho poškození. DMM je spojitý model, pomocí něhož jsou, na termodynamických principech, určovány oblasti nestability toku materiálu, modeluje přechod mezi plastickou deformací materiálu a vznikem disipativní mikrostruktury (termodynamicky nestabilní). Mapy disipace energie jsou vyjadřovány v souřadnicích teploty deformace a logaritmu deformační rychlosti. Takovéto souřadnice umožňují porovnávat různé oblasti grafu.

Tváření je v tomto podání považováno za energetický systém, kde je v deformační zóně disipována energie [13]. Celková energie absorbovaná tělesem během

deformace ( $P$ ) se ve své podstatě skládá ze dvou složek a může být vyjádřena pomocí následující rovnice:

$$P = G + J \quad (1)$$

kde:  $P$ ... celková energie absorbovaná tělesem během deformace [J]  
 $G$ ... energie disipovaná v důsledku plastické deformace [J]  
 $J$ ... energie disipovaná v důsledku metalurgických změn [J]

Hlavními veličinami, popisujícími procesní mapu, jsou napětí, deformace a deformační rychlost, proto je možné také výše uvedený vzorec pomocí těchto veličin dále rozepsat:

$$P = G + J = \int_0^{\epsilon} \sigma d\epsilon + \int_0^{\sigma} \dot{\epsilon} d\sigma \quad (2)$$

kde:  $\dot{\epsilon}$  ... deformační rychlost [ $s^{-1}$ ]  
 $\sigma$  ... napětí [MPa]

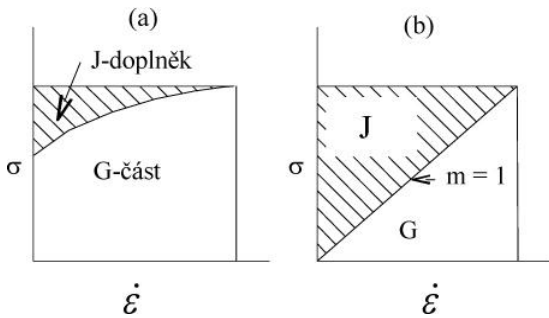
První složka celkové energie  $G$ , představuje energetický příkon disipovaný materiálem, jehož převážná část je přeměněna na teplo. Složka  $J$  prezentuje energii dynamicky ukládanou do metalurgických procesů [14]. Tato je citlivá na přítomnost probíhajících procesů jako je dynamická rekrytalizace, dynamické zotavení, nukleace a růst trhlin atd., proto se stala určitým kritériem charakterizujícím dynamickou odezvu materiálu. Lze ji stanovit pomocí následujícího integrálu:

$$J = \int_0^{\sigma} \epsilon \cdot d\sigma = \int_0^{\sigma} K' \cdot \sigma^m \cdot d\sigma \quad (3)$$

kde  $K'$  je materiálová konstanta a  $m$  parametr citlivosti na deformační rychlost. Rozložení celkové energie mezi energetické složky  $J$  a  $G$  popisuje koeficient citlivosti plastického toku materiálu k deformační rychlosti [1]. Znalost tohoto je pro tvorbu procesní mapy nevyhnutelná, je možné jej vyjádřit následujícím způsobem:

$$m = \frac{dJ}{dG} = \frac{\dot{\epsilon} d\sigma}{\sigma d\dot{\epsilon}} = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \dot{\epsilon}} \quad (4)$$

Koeficient  $m$  má konstantní charakter jen pro čisté kovy. Pro jednotlivé slitiny se musí získat experimentálně. Koeficient  $m$  je funkcí rychlosti deformace. Obvykle se hodnota  $m$  zjednodušuje na konstantu, ale pouze pro určitý hodnocený úsek rychlosti deformace. V ideálním případě by se hodnota  $m$  měla rovnat jedné. Tento stav téměř odpovídá superplastické deformaci (obr. 1b). Na obr. 1a) vidíme reálný disipátor. Oba zmiňované obrázky ukazují schématické vyjádření pomocí obdélníku  $\sigma$  v závislosti na rychlosti deformace, který určuje okamžitou celkovou energii disipovanou materiálem.



Obr. 1 Grafické znázornění dynamické konstituční rovnice a) reálný disipátor, b) ideální disipátor [5]

Fig. 1 Graphic interpretation of dynamic constitutional equation a) real dissipator, b) ideal dissipator

Pro vytvoření procesní mapy je velmi důležité znát také bezrozměrný parametr  $\eta$ , neboli účinnost disipace energie. Účinnost disipace je podílem energetické složky  $J$  a maximální možné disipace energie  $J_{max}$  a vyjadřuje disipaci energie během vývoje mikrostruktury v průběhu deformačního procesu za různých teplot a deformačních rychlostí. Pro parametr  $\eta$  platí tento vzorec:

$$\eta = \frac{J}{J_{max}} = \frac{2m}{m+1} \quad (5)$$

Výsledky vynásobíme stem a získáváme hodnoty v procentech, což je u účinností obvyklé. Neméně významný je i parametr plastické nestability, který umožňuje určit, ve kterých oblastech je deformace materiálu stabilní, a ve kterých již může docházet k jeho porušení během tváření [15]. Parametr plastické nestability lze vypočítat následovně:

$$\xi = \frac{\partial \ln\left(\frac{m}{m+1}\right)}{\partial \ln \dot{\epsilon}} + m \quad (6)$$

kde:  $\xi$  parametr plastické nestability  
 $m$  koeficient citlivosti plastického toku materiálu k deformační rychlosti [-]  
 $\dot{\epsilon}$  deformační rychlost [ $s^{-1}$ ]

V současné době odběratelé nemohou akceptovat v dodávce materiály s výrazně odlišnými mechanickými vlastnostmi. Technologický proces musí být stabilní, aby byl opakovatelný. Nejen na mikrostrukturní stabilitě, ale také na stabilitě plastického toku je závislá opakovatelnost procesu a homogenita mechanických vlastností výrobku.

## 2. Experiment

### 2.1 Krutová zkouška

Do skupiny zkoušek tvářitelnosti za tepla patří, mimo jiné, i zkouška krutem. Tato zkouška je vhodná pro zjišťování mechanických vlastností materiálu, jako je pevnost v krutu nebo modul plasticity. Základ ale spočívá v určení deformační charakteristiky křivky napětí-deformace [16].

Mezi základní vybavení každého přístroje pro provádění zkoušek krutem patří otočná hlava a pevná hlava, která se každá upne na jeden konec vzorku. Hlavy jsou ve svém postavení obvykle pevně ukotveny, jelikož má kroučící se vzorek tendenci se zkracovat. Plastometr je napojený na počítač, který zaznamenává časový průběh hodnot, jako jsou točivý moment, osová síla, otáčky, nebo teplota [17]. Vzorek bývá ohříván indukčně cívkou přímo v zařízení. Kvůli průkaznosti výsledků je nutné jeho rovnoměrné prohřátí.

Nejčastěji prováděnou zkouškou je spojitá zkouška do lomu, nejdůležitější hodnotou je zde tedy počet otáček do lomu. Výsledná data jsou zpracována do (grafu) závislosti kroučícího momentu na úhlu otočení. Deformace však není konstantní, po průřezu vzorku se snižuje od maxima na povrchu, až k nulové hodnotě v ose vzorku [18].

Pro účely našeho experimentu byly vzorky zkoumány při teplotách od 1223K do 1473 K a deformačních rychlostech 0,0965 – 1,53  $s^{-1}$ .

### 2.2 Tlaková zkouška

Tlaková zkouška s rovinnou deformací (plane strain compression test) byla prováděna na plastometru Gleeble 3800. Tento plastometr americké firmy DSI je dynamický zkušební stroj, který má schopnost simulovat termomechanické parametry různých metalurgických pochodů. Gleeble 3800 Systém je integrovaný, plně digitální, tepelně – mechanický měřicí přístroj, který funguje pod platformou typu Windows.

Na plastometru Gleeble 3800 lze provádět tahové zkoušky, tlakové zkoušky (sousedě, s rovinnou reformací, SICO), lze vytvářet křivky závislosti napětí na deformaci, studii napěťové relaxace, měření tažnosti za tepla aj. Tyto vlastnosti lze použít k simulování kontinuálního lití, válcování za tepla, kování, protlačování, kalení, tepelného zpracování, svařování atd. Kromě výše zmíněných funkcí umožňuje plastometr Gleeble 3800 rozpoznat teplotu nulové rekystalizace daného materiálu, případně sloužit jako dilatometr apod.

Plastometrické zkoušky typu PSCT (plane strain compression test) byly původně zpracovány a používány pro zkoumání technologií spojených s procesy válcování plechu a pásu, při kterých tváření probíhá při podmínkách velmi blízkých ideálního plošného stavu napjatosti. Zkoušky tohoto typu umožňují dosáhnout hodnot intenzity skutečné deformace v rozmezí 1 až 3 v rozsáhlém intervalu rychlostí deformace v rozmezí  $10^{-2}$  až  $100 s^{-1}$ . V současné době se PSCT testy všeobecně používají pro stanovení mechanických vlastností a zkoumání vývoje mikrostruktury materiálu během termomechanického zpracování.

Byly provedeny plastometrické zkoušky na oceli 9Cr (P91), a to v rozsahu zkušebních teplot 800 °C do 1260 °C a rychlostí deformace = 0,1; 1; 10 s<sup>-1</sup>. Předehřev zkoušek spočíval v ohřevu rychlostí 5 °C/s na teplotu 1260 °C a následnou 60 sekundovou vyrovnávací fázi. U zkoušky, jejíž deformační teplota odpovídala teplotě ohřevu (1260 °C), došlo k vlastní deformaci ihned po vyrovnávací fázi. U ostatních vzorků bylo nutné materiál ochladit na deformační teplotu [19].

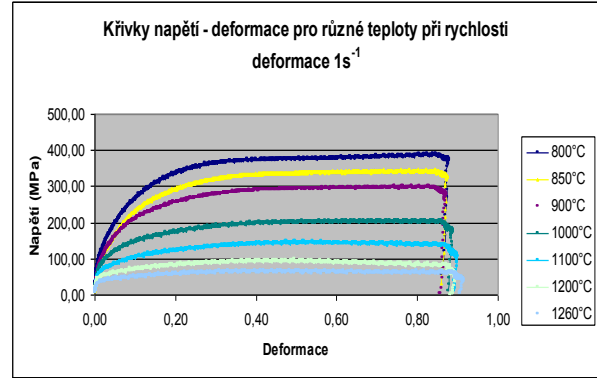
Abychom mohli extrapolovat průběhy i pro nižší a vyšší než zkušební deformační rychlost, udělal se výpočet aktivační energie Q a z něho pak byla stanovena hodnota napětí pomocí následující rovnice.

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \exp \operatorname{argsinh} \left[ \frac{\dot{\epsilon} \exp \left( \frac{Q}{RT} \right)}{A} \right]^{\frac{1}{n}} \quad (7)$$

kde Q je energie tváření za tepla, R plynová konstanta, α, A, n materiálové konstanty.

### 3. Výsledky a vyhodnocení

Data, která jsme následně zpracovávali pro výpočet parametru citlivosti deformace a efektivity disipace tváření, byla odečtena z křivek napětí deformace. Jako příklad uvádíme obr. 2, soubor křivek pro vybrané teploty a rychlost deformace 1 s<sup>-1</sup>, pro ocel 9Cr. Obdobně byly, na základě záznamu ze zkoušek, sestaveny i další grafy. Tabulky 1-2 znázorňují průběžný postup při získu dat potřebných pro výpočet uvedených parametrů.



Obr. 2 Křivky napětí-deformace pro různé teploty při rychlosti deformace 1 s<sup>-1</sup> pro ocel 9Cr

Fig. 2 Graph of the strain-stress curves for different temperatures at strain rate of 1 s<sup>-1</sup> for the P91 steel

Tab. 1 Příklad vzhledu tabulky doplněné o výpočty - ocel 9Cr, T = 800 °C, ε = 0,9, ε̇ = 0.1 s<sup>-1</sup>

Tab. 1 Example of a table with calculations – P91 steel, T = 800 °C, ε = 0,9, ε̇ = 0.1 s<sup>-1</sup>

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
	Time(sec)	Strain	Stress(MPa)	TC1(C)	εdot	log εdot	Δ log εdot	log σ	Δ log σ	m	disipace
1											
2	0,0	0,0	-9,6	20,0	0,0	-3,32804	0,35107	0,98037	0,01124	0,03202	6,2
3	0,1	0,0	-9,3	20,0	0,0	-2,97697	1,52210	0,96913	0,01049	0,00689	1,4
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
7982	452,5	-0,9	-318,64	800	0,1	-1,05552	0,13830	2,50330	0,00173	0,01254	2,5
7983	452,6	-0,9	-317,37	800	0,1	-1,19382	0,07463	2,50157	0,00425	0,05693	10,8
7984	452,6	-0,9	-314,28	800	0,1	-1,11919	0,04830	2,49732	0,00185	0,03825	7,4
7985	452,6	-0,9	-315,62	800	0,1	-1,16749	0,26699	2,49916	0,00374	0,01401	2,8
7986	452,6	-0,9	-318,35	800	0,1	-0,90050	0,05028	2,50290	0,00180	0,03589	6,9
7987	452,6	-0,9	-317,03	800	0,1	-0,95078	0,07789	2,50110	0,00418	0,05373	10,2

Tab. 2 Přehledně zaznamenané výsledky zkoušek u vzorků z 9Cr oceli při deformaci 0,9

Tab. 2 Results of plastometric tests made on the P91 steel at strain of 0,9

		Napětí σ						
Deformace	Rychlost deformace	TEPLOTA						
		800°C	850°C	900°C	1000°C	1100°C	1200°C	1260°C
0,9	-1	316,325	189,642	186,800	120,200	85,600	36,740	21,400
	0	343,500	322,010	278,200	186,200	112,200	61,300	47,300
	1	360,800	341,160	280,500	202,400	147,200	73,765	54,300

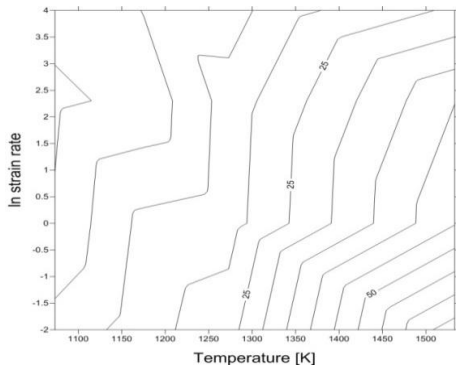
  

		citlivost deformace m						
Deformace	Rychlost deformace	TEPLOTA						
		800°C	850°C	900°C	1000°C	1100°C	1200°C	1260°C
0,9	-1	0,049	0,082	0,080	0,167	0,224	0,405	0,512
	0	0,062	0,134	0,131	0,169	0,196	0,192	0,225
	1	0,028	0,055	0,060	0,078	0,104	0,168	0,229

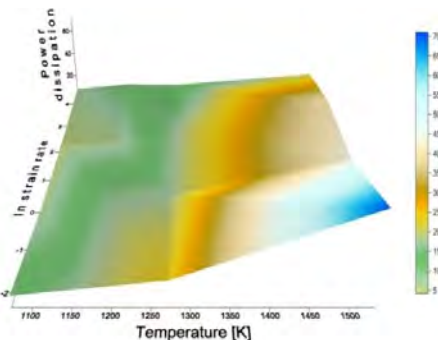
		Disipace η						
Deformace	Rychlost deformace	TEPLOTA						
		800°C	850°C	900°C	1000°C	1100°C	1200°C	1260°C
0,9	-1	8,3	14,5	14,9	28,6	36,6	57,7	67,7
	0	11,7	23,7	23,2	28,9	32,8	32,2	36,8
	1	5,4	10,4	11,3	14,4	18,8	28,8	37,3

Tyto výpočty byly nakonec, s ohledem na možnost porovnání se stejnou ocelí 9Cr, ale zkoumanou na plastometru Setaram, provedeny pro deformace 0,3; 0,5 a 0,9. Obrázek 3 představuje příklad 2D grafu disipace energie, zde pro deformaci  $\varepsilon = 0,5$  provedenou na plastometru Gleeble. Stejný graf, zobrazen ve 3D, je znázorněn na obrázku 4.

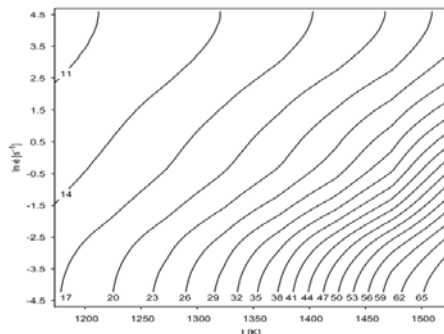


Obr. 3 Průběh izočar disipace v procentech pro ocel 9 Cr (Gleeble) pro deformaci  $\varepsilon = 0,5$  získaná pomocí programu Golden Surfer (2D)  
Fig. 3 Graph of dissipation isolines (in percents) for the 9Cr steel (Gleeble) for strain of  $\varepsilon = 0,5$  created using Golden Surfer software (2D)

Pro porovnání je stejná ocel a stejná deformace analyzována programem Gnuplot. Na obrázku 5 je zobrazen průběh izobar při deformaci  $\varepsilon = 0,5$  získaný pomocí tohoto programu..

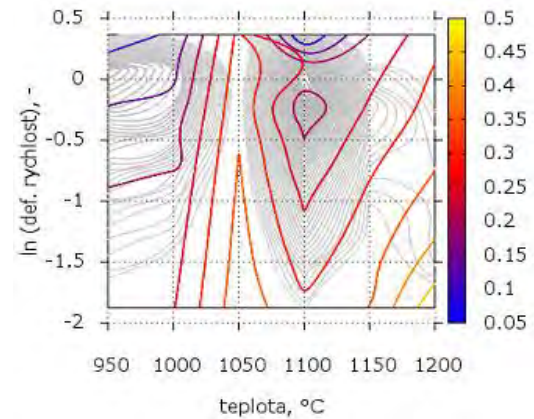


Obr. 4 Průběh izoploch disipace v procentech pro ocel 9 Cr (Gleeble) pro deformaci  $\varepsilon = 0,5$  získaná pomocí programu Golden Surfer (3D)  
Fig. 4 Graph of dissipation isosurfaces (in percents) for the 9Cr steel (Gleeble) for strain of  $\varepsilon = 0,5$  created usány Golden Surfer software (3D)

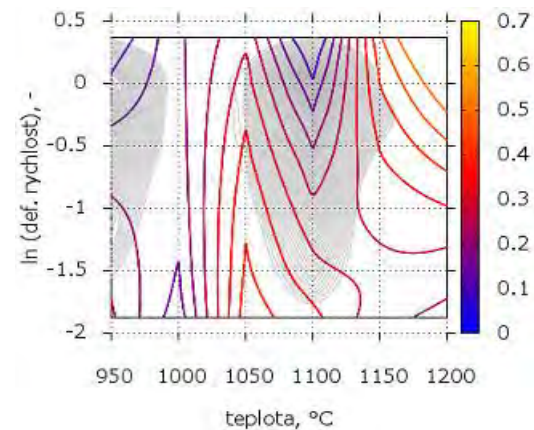


Obr. 5 Průběh izočar disipace v procentech pro ocel 9 Cr (Gleeble) pro deformaci  $\varepsilon = 0,5$  získaná pomocí programu Gnuplot  
Fig. 5 Graph of dissipation isolines (in percents) for the 9Cr steel (Gleeble) for strain of  $\varepsilon = 0,5$  created using Gnuplot software

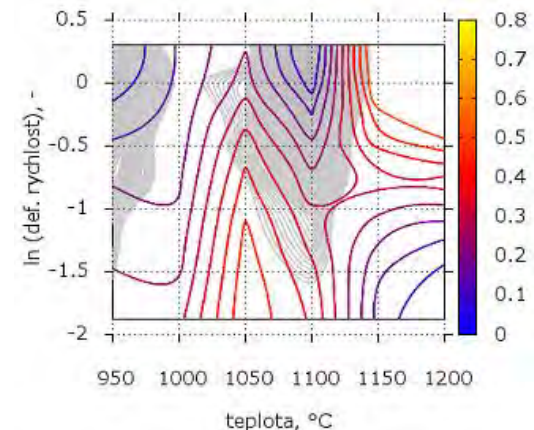
Obrázky 6-8 uvádějí výsledné procesní mapy získané pomocí programů Sigmacon a Gnuplot pro deformace  $\varepsilon = 0,3$ ;  $\varepsilon = 0,5$  a  $\varepsilon = 0,7$ . Tyto byly vytvořeny sloučením mapy disipace energie a mapy oblastí nestability.



Obr. 6 Výsledná procesní mapa pro ocel P91,  $\varepsilon = 0,3$   
Fig. 6 Final processing map for the P91 steel,  $\varepsilon = 0,3$



Obr. 7 Výsledná procesní mapa pro ocel P91,  $\varepsilon = 0,5$   
Fig. 7 Final processing map for the P91 steel,  $\varepsilon = 0,5$



Obr. 8 Výsledná procesní mapa pro ocel P91,  $\varepsilon = 0,7$   
Fig. 8 Final processing map for the P91 steel,  $\varepsilon = 0,7$

## Závěr

Spojité zkoušky oceli 9Cr (P91) uskutečněné na plastometru Setaram v rozsahu teplot 1223–1473 K a při rychlostech deformace 0,0965–1,53 s<sup>-1</sup> byly provedeny na téže oceli také na plastometru Gleeble v rozsahu teplot 1073–1533 K a při rychlostech deformace 0,01–

10 s<sup>-1</sup>. Výsledky z plastometru Setaram byly zpracovány za pomoci programů Sigmacon a Gnuplot použitím sinu vztahu pro stanovení deformace a deformační rychlosti. Závislosti napětí–deformace umožnily u výsledků z plastometru Gleeble vypočítat aktivační energii  $Q$  a následně extrapolovat hodnoty napětí i pro nižší a vyšší deformační rychlost. Při zvolených hodnotách deformace 0,3; 0,5; a 0,7 byly stanoveny nejprve hodnoty citlivosti rychlosti deformace, tj. parametr  $m$ . Následně pak z toho byla vypočtena hodnota efektivity disipace energie – parametr  $\eta$ .

Zcela zásadně se ukazuje, že vyšší teploty a nižší rychlosti deformace mají principiální vliv na zvýšení disipace energie.

Různě zvolené postupy vedly k poněkud odlišným výsledkům průběhu disipace energie. Považujeme toto za skutečnost, která vyplynula z křivek napětí–deformace. Zatímco u výsledků z plastometru Gleeble byly vždy se stoupající teplotou křivky napětí umístěny výše a rovněž vyšší rychlost deformace je posouvala výše a nedošlo nikde v celém rozsahu zkoušení k nijakým překmitům, tak u křivek z plastometru Setaram byly sice průběhy logické, ale v některých případech došlo k překmitu. Z toho pak vyplynuly i průběhy koeficientů  $m$  a následně u disipace vznikaly méně symetrické obrazce. Ačkoli se jednalo o ocel 9Cr, která by měla být v dané teplotě austenitická, lze předpokládat možnost ovlivňování druhé fáze, případně jiných strukturních složek (karbidy).

Z obrázků procesních map se nám jako nepříznivé pro 9Cr ocel jeví tváření v oblasti pod cca 975 °C a při vyšších rychlostech deformace a rovněž teplotní oblast mezi 1050 až 1100 °C je méně příznivá. Jsou to první pokusy o stanovení disipace energie a procesních map. Předpokládáme, že v analýze dat i z jiných materiálů budeme moci touto metodikou stanovovat disipaci a následně i další parametr  $\xi$ , což jsou možné oblasti nestability deformace.

#### Poděkování

**Výzkum byl realizován v rámci projektu CZ.1.05/2.1.00/01.0040 Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy České Republiky.**

#### Literatura

- [1] Y.V.R.K. PRASAD, K.P. RAO. Effect of homogenization on the hot deformation behavior of cast AZ31 magnesium alloy. *Materials and Design* 30 (2009) 3723–3730.
- [2] Y.V.R.K. PRASAD, K.P. RAO. Processing maps for hot deformation of rolled AZ31 magnesium alloy plate: Anisotropy of hot workability. *Materials Science and Engineering A* 487 (2008) 316–327.
- [3] JUAN, Liu, Zhenshan CUI a Congxin LI. Analysis of metal workability by integration of FEM and 3-D processing maps. *Journal of Mat. Processing Technol.* 2008, č. 205, s. 497-505.
- [4] PETRUŽELKA, J., SONNEK, P. Analýza procesu tváření za tepla: Dynamický materiálový model. Ostrava, 2001. Závěrečná publikace 2/2 projektu GAČR č. 101/99/0118. VŠB-TU Ostrava.
- [5] KLÍBER, J. Computation of hot forming efficiency. Sborník vědeckých prací Vysoké školy báňské - Technické univerzity Ostrava, číslo 3, rok 2009, ročník LII, řada hutnická, s. 95-100. ISBN 978-80-248-2039-2.
- [6] KLÍBER, J.: Počítačová simulace účinnosti při tváření za tepla, *Conf. Forming 97*, (1997), ISBN 80-7078-466-0, 61-64.
- [7] KLÍBER, J.: Computer simulation of hot forming efficiency, *Conference Machine-Building and Technosphere at the Boundary of the XXI Century*. Doneck, (2001), 144-149.
- [8] GUOLIANG JI, et al. Development and validation of a processing map for Aermet100 steel. *Mat. Science and Engineering A* 527 (2010) 1165–1171.
- [9] GUO-ZHENG QUAN, et al. *Materials Science and Engineering A* 538 (2012) 364–373.
- [10] H. LI, M.Q. LI \*, X.Y. ZHANG, J. LUO. Characterization of the forgeability of 1Cr11Ni2W2MoV steel using processing map. *Materials Science and Eng. A* 527 (2010) 6505–6510.
- [11] McQUEEN, H.J.; JIN, N.; RYAN, N.D.; Relationship of energy dissipation efficiency to microstructural evolution in hot working of AISI 304 steel. *Materials Science and Engineering A* 190, 1995, s. 43-53.
- [12] SUN, Yu et al. Constructing processing map next term of Ti40 alloy using artificial neural network. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. 2011, č. 21, s. 159-165.
- [13] PETRUŽELKA, J., SONNEK, P.: Analýza procesu tváření za tepla, ISBN 80-248-0036-5.
- [14] NING, Y. et al. Investigation on hot deformation behavior of P/M Ni-base superalloy FGH96 by using processing maps. *Material Science and Engineering A* 527, 2010, s. 6794 – 6799.
- [15] MOMENI, A., K. DEGHANI. Hot working behavior of 2205 austenite ferrite duplex. *Materials Science and Engineering*. 2011, č. 528, s. 1448-1454.
- [16] UDOMPHOL Tapany. *Torsion Tests*. Suranaree University of Technology, 2007. Dostupné z: [www.sut.ac.th/engineering/metal/pdf/MechMet/10\\_Torsion%20test.pdf](http://www.sut.ac.th/engineering/metal/pdf/MechMet/10_Torsion%20test.pdf)
- [17] BOŘUTA, J., BOŘUTA, A. Deformační odpor za tepla mosadze Ms70 v krutu. Ostrava, 2009. Publikace k projektu MSM 2587080701 MŠMT. MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Ostrava-Vitkovice.
- [18] KUNČICKÁ, L., Diplomová práce, FMMI, VŠB-TU Ostrava, 2012.
- [19] BERKOVÁ, M. Diplomová práce, FMMI, VŠB-TU Ostrava, 2012.



## Vliv válcovací rychlosti na technologickou tvařitelnost a strukturu aluminidu železa typu Fe-40Al-Zr-B

### Influence of Rolling Speed on Technological Formability and Structure of Iron Aluminide of the Type Fe-40Al-Zr-B

prof. Ing. Ivo Schindler, CSc., Ing. Richard Fabík, Ph.D., Ing. Stanislav Rusz, Ph.D., Ing. Petr Kawulok, Ph.D., Ing. Michal Cagala, Ing. Václav Šumšal, RMTVC, VSB-Technická univerzita Ostrava, prof. RNDr. Vladimír Šíma, CSc. Univerzita Karlova v Praze, Matematicko-fyzikální fakulta, Katedra fyziky materiálů

*V návaznosti na předchozí etapu experimentálních prací se podařilo určit optimální podmínky pro laboratorní válcování křehkého aluminidu železa typu Fe-40at.%Al-Zr-B v ochranných kapslích z feritické oceli, bránících přílišnému odvodu tepla do pracovních nástrojů a vzniku příčných povrchových trhlin. Nejvyšší technologické tvařitelnosti bylo dosaženo při aplikaci pece vyhřáté na teplotu 1200 °C pro předehřev i mezioperační ohřev materiálu a při střední válcovací rychlosti cca 0,3 m·s<sup>-1</sup>. Při nejnižší rychlosti válcování (cca 0,1 m·s<sup>-1</sup>) byla dle výsledků plastometrických zkoušek očekávána dobrá tvařitelnost, ale jak prokázaly výsledky laboratorního válcování i matematického modelování teplotních polí během celého válcovacího cyklu, technologická tvařitelnost byla dramaticky snížena odvodem tepla do pracovních válců během jejich příliš dlouhé doby styku s provalkem. Technologická tvařitelnost při válcování dané slitiny za tepla nízkými rychlostmi je vzhledem k rychlejšímu chladnutí materiálu výrazně nižší, než její plastické vlastnosti zjištěné při izotermických plastometrických zkouškách.*

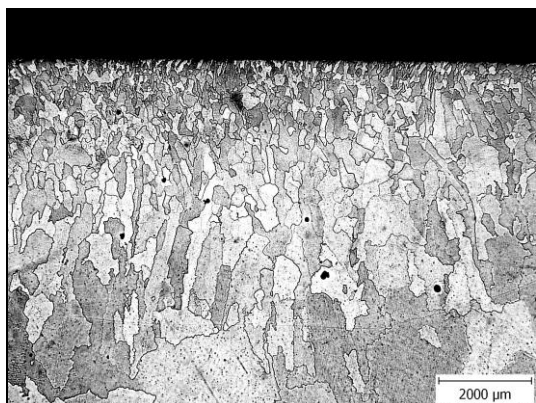
*In connection to the previous stage of experimental works we were able to determine the optimal conditions for laboratory rolling of iron aluminide of the type Fe-40at.% Al-Zr-B (24.56 Al - 0.04 Cr - 0.01 B - 0.18 Zr - 0, 01 C - 0.14 Mn - 0.01 Mo - Fe remainder, all in wt.%). This brittle alloy can be rolled in practice only with use of protective capsules made of ferritic steel, which prevent excessive heat transfer to the working tools, as well as formation of transverse surface cracks. The highest technological formability has been achieved at application of the furnace heated to 1200 °C for preheating and for in-process heating of material, and at an average rolling speed of approx. 0.3 m·s<sup>-1</sup>. It was established in conformity with the previous plastometric experiments that increasing of the rolling speed to approx. 0.5 m·s<sup>-1</sup> lead to reduction of plasticity of the given rolled alloy. Good formability was expected at the slowest rolling speed (approx. 0.1 m·s<sup>-1</sup>) on the basis of the results of plastometric tests, but results of laboratory rolling and mathematical modelling of the temperature fields during the whole rolling cycle showed that technological formability was dramatically reduced by heat dissipation into the work rolls during their too long contact with the rolled material. In such case even the protective capsule did not prevent formation of transverse cracks on the surface of the given aluminide. Technological formability at hot rolling of the given alloy at low rolling speeds is due to the faster cooling of the material significantly lower than its plastic properties determined by isothermal plastometric tests.*

Aluminidy železa typu Fe-40at.%Al vynikají vysokou korozivzdorností v oxidačním a sulfatačním prostředí, dobrou vysokoteplotní pevností a odolností vůči opotřebení, nízkou hustotou a relativně příznivými materiálovými náklady ve srovnání s korozivzdornými ocelmi či superslitinami na bázi niklu. Není obtížné tyto materiály vyrobit tavením a odléváním. Náklady na jejich další zpracování jsou však vysoké. Jejich hromadnému využití zatím brání především velmi nízké plastické vlastnosti a citlivost na křehnutí vlivem prostředí (především vlivem vodní páry obsažené ve vzduchu). Přídavkem malého množství bóru lze potlačit interkystalický lom a zvýšit vysokoteplotní pevnost slitin na bázi Fe-40Al. Aluminidy železa mohou být přijaty jako významné konstrukční slitiny až poté, co bude úspěšně vyřešena problematika jejich vodíkové křehkosti [1–5].

Na VŠB-TUO je dlouhodobě věnována pozornost možnosti tváření za tepla intermetalických sloučenin typu Fe-40Al. Pomocí patentovaného postupu jejich zpracování ve speciálních ochranných kapslích [6] se nyní daří jejich válcování za tepla několika průchody s mezioperačními ohřevy [7–9]. Bylo dosaženo celkové výškové deformace téměř 70 %, a to bez praskání. Povrchové příčné trhliny jsou u tohoto materiálu největším problémem z hlediska technologické tvařitelnosti. Vznikají už po nevelkém ochlazení povrchových vrstev materiálu, způsobeném odvodem tepla do pracovních nástrojů (válců na válcovací stoličce, resp. kovadel při pýchování [10]). Ochranné kapsle z feritické korozivzdorné oceli se projeví jako dobrý izolátor, který brání nežádoucímu přestupu tepla a potažmo eliminuje vznik povrchových trhlin.

## 1. Popis experimentu

Jako experimentální materiál posloužily odlitky z aluminidu typu Fe-40Al-Zr-B s průměrným chemickým složením 24,56 Al – 0,04 Cr – 0,01 B – 0,18 Zr – 0,01 C – 0,14 Mn – 0,01 Mo (zbytek Fe – vše v hm.%). K tavení byla využita vakuová indukční pec. I přes použití ultrazvuku ve fázi odlévání do dělených kokil a tuhnutí [11] byla výsledná lící struktura materiálu dosti heterogenní a kromě tenkých povrchových oblastí i značně hrubozrná (viz obr. 1). I tento fakt přispívá k nízké tvařitelnosti dané slitiny.



a) heterogenní povrchová oblast  
a) heterogeneous surface area



b) hrubé dendrity ve středové oblasti  
b) coarse dendrites in the central area

Obr. 1 Mikrostruktura laboratorního odlitku – příčný řez  
Fig. 1 Microstructure of the laboratory casting – cross section

Odřezky z odlitků o tloušťce cca 19,4 mm a šířce cca 33 mm byly umístěny do celoobvodových ochranných kapslí, svařených z plechu tloušťky 2 mm. Vzorky o celkové tloušťce 23,4 mm byly tvářeny sedmi průchody na zhruba 1/3 své výšky (konkrétně na 7,2 mm). Válcování probíhalo na laboratorní stolici K350 v konfiguraci kvarto, tedy s pracovními válci o průměru 64,5 mm. Na základě předchozích zkušeností byla zvolena teplota ohřevu 1200 °C. Po každém sudém průchodu byl rozvalek vložen do pece na dohřev při teplotě 1200 °C po dobu 45 s (po 2. průchodu), resp. 60 s (po 4. a 6. průchodu). Po finálním 7. průchodu byl vývalek po dobu 10 minut zpomalně ochlazován v peci vyhřáté na teplotu 900 °C. Po vyjmutí z pece byl pak vzorek dochlazen volně na vzduchu. Měněným parametrem byla válcovací rychlost, pohybující se

v rozmezí 0,14 – 0,51 m·s<sup>-1</sup>. Toho bylo dosahováno regulací rychlosti otáčení pracovních válců v hladinách 40 – 80 – 100 – 120 – 150 min<sup>-1</sup> (nominálně); výsledek válcování při otáčkách 100 min<sup>-1</sup> byl přitom převzat z minulé etapy experimentů, zaměřených na zhodnocení vlivu teploty na deformační chování zkoumané slitiny [9].

Metalografická analýza hotových vývalků byla provedena na svislých řezech, orientovaných přes tloušťku rovnoběžně se směrem válcování.

## 2. Diskuse výsledků

### 2.1 Výskyt trhlin

Při posledních úběrech se více či méně porušila ve svarech na koncích provalků ochranná kapsle každého ze vzorků a v místech takového obnažení aluminidu došlo k jeho povrchovému popraskání – viz obr. 2. Největší poškození kapsle bylo pozorováno při nejnižší rychlosti válcování. Po vyjmutí vývalků z ochranných kapslí se ukázalo, že vzorek H6 odpovídající nejnižší rychlosti válcování vykazoval jako jediný masivní výskyt příčných povrchových trhlin – viz obr. 3. Ostatní vývalky měly v místech krytých neporušenou kapslí vždy zcela bezvadný povrch.

Nejnižší válcovací rychlost, dosažená při rychlosti otáčení válců 40 min<sup>-1</sup>, se tedy ukázala jako velmi nepříznivá z hlediska tvařitelnosti zkoumané slitiny. To je ve zdánlivém rozporu s výsledky plastometrických zkoušek jednoosým tlakem na podobných aluminidech [12], kde nejvyšší plastické vlastnosti byly spojeny právě s nízkými deformačními rychlostmi. K vysvětlení tohoto nesouladu přispělo matematické modelování teplotních změn během válcování vzorků v ochranných kapslích.



Obr. 2 Vývalky v kapslích po válcování (vzorek H6 – rychlost otáčení válců 40 min<sup>-1</sup>; vzorek H7 – 80 min<sup>-1</sup>)  
Fig. 2 Rolled products in capsules after rolling (specimen H6 – rotational speed of the rolls 40 rpm; specimen H7 – 80 rpm)



Obr. 3 Půdorysné plochy vybraných vývalků (vzorek H6 – rychlost otáčení válců 40 min<sup>-1</sup>; vzorek H9 – 150 min<sup>-1</sup>)

Fig. 3 Ground areas of selected rolled products (specimen H6 – rotational speed of the rolls 40 rpm; specimen H9 – 150 rpm)

## 2.2 Teplotní historie vybraných vývalků

Ke stanovení teplotní historie vývalků bylo použito matematické modelování na bázi metody konečných prvků (MKP). K simulaci byl použit program FORGE 3D. Simulace byla provedena pro všech 7 úběrů, včetně prodlev a meziohřevu, pro vybrané dvě rychlosti válcování 40 a 100 min<sup>-1</sup>. Počáteční a okrajové podmínky simulace shrnuje tabulka 1.

Simulace potvrdila předpoklad, že nižší rychlosti otáčení válců a tím i delší doba kontaktu provalku s válcem vedou k poklesu teploty tvářeného tělesa. Jak je zřejmé z grafů na obr. 4, dochází mezi jednotlivými meziohřevy k poklesu teploty ve středu vzorku při rychlosti otáčení válců 40 min<sup>-1</sup> o 98 až 136 °C, zatímco při rychlosti otáčení válců 100 min<sup>-1</sup> je to pouze o 82 až 112 °C. Z hlediska technologické tvařitelnosti jsou ovšem klíčové minimální okamžité teploty válcování. Při posledních dvou průchodech, kdy je vzorek díky své malé tloušťce ochlazován přestupem tepla do válců

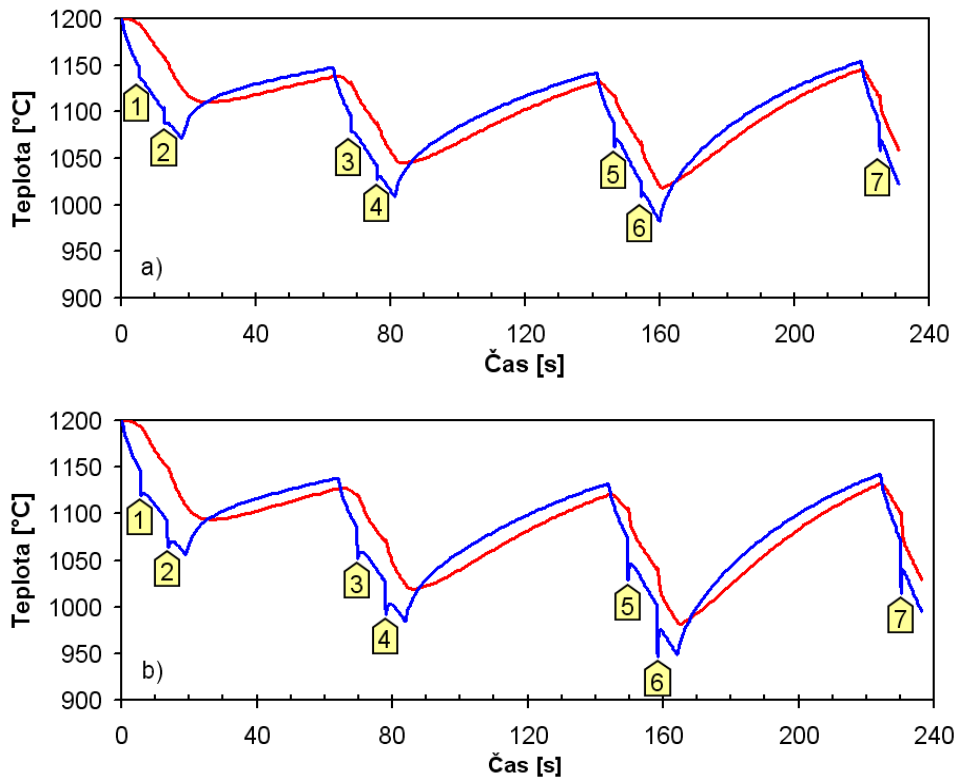
nejintenzivněji, dochází při rychlosti 100 min<sup>-1</sup> k poklesu povrchové teploty vlastního aluminidu o 10 až 25 °C, ale při rychlosti 40 min<sup>-1</sup> v obou případech

Tab. 1 Okrajové a počáteční podmínky matematické simulace

Tab. 1 Boundary and initial conditions of mathematical simulation

Materiál		Počáteční teplota		1200 °C			
Fe <sub>3</sub> Al	Kapsle	Průměr válců		64,5 mm			
X16Cr17		MKP formulace		Tuho-plastická			
Osa symetrie	x	Roviny symetrie		(0 0 1) (0 1 0)			
Počáteční rozměry (mm)	aluminid železa			kapsle			
	h <sub>0</sub> = 19,4	b <sub>0</sub> = 33	l <sub>0</sub> = 100	t <sub>0</sub> = 2			
Přehled operací		Válcování			Prodleva		
#	Název	μ (-)	α (W.m <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup> )	ω (min <sup>-1</sup> )	Δt (s)	α vzduch	T <sub>ok</sub> (°C)
1	pauza	-	-	-	5	ε = 0,8	24
2	1. úběr	0,6	10 000	40, 100	7	ε = 0,8	24
3	2. úběr						
4	ohřev	-	-	-	45	ε = 0,8	120 0
5	pauza	-	-	-	5	ε = 0,8	24
6	3. úběr	0,6	10 000	40, 100	7	ε = 0,8	24
7	4. úběr						
8	ohřev	-	-	-	60	ε = 0,8	120 0
9	pauza	-	-	-	5	ε = 0,8	24
10	5. úběr	0,6	10 000	40, 100	7	ε = 0,8	24
11	6. úběr						
12	ohřev	-	-	-	60	ε = 0,8	120 0
13	pauza	-	-	-	5	ε = 0,8	24
14	7. úběr	0,6	10 000	40, 100	7	ε = 0,8	24

zhruba o 50 °C. Teplotní mapy na obr. 5 dokumentují, jak intenzivně je provalek ochlazován stykem s chladnými válci, a rovněž jak ochranná kapsle brání nežádoucímu poklesu povrchové teploty aluminidu. I tak během kritického 6. průchodu klesla povrchová teplota aluminidu v jeho hranové části na 1011 °C (při rychlosti 100 min<sup>-1</sup>) či dokonce na neakceptovatelných 948 °C při rychlosti otáčení válců 40 min<sup>-1</sup>. Zde je třeba hledat vysvětlení skutečnosti, že při nejnižší dosahované rychlosti deformace došlo k povrchovému praskání vzorku i pod ochrannou kapslí, zatímco plasticita zkoumaného typu materiálu se snižováním rychlosti deformace při izotermicky prováděné plastometrické zkoušce, tj. s průběžně ohříványými pracovními nástroji, roste[12].

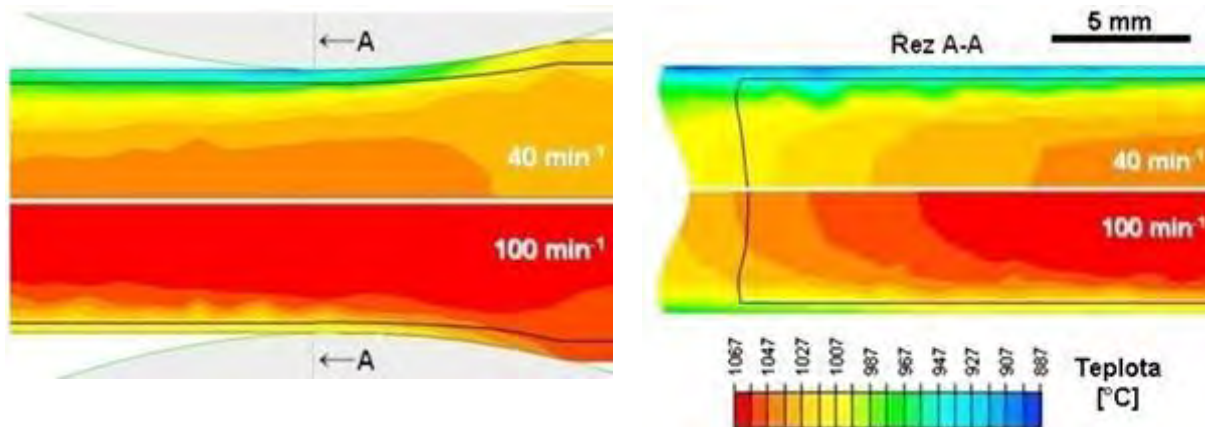


Obr. 4 Teploty aluminidu železa válcovaného v ochranné kapsli, získané matematickým modelováním v programu FORGE 3D (červená čára – střed vzorku; modrá čára – hranová část aluminidu pod kapsli v podpovrchové oblasti styku s válcem; žluté šipky upozorňují na poklesy teploty v průběhu průchodů 1 až 7)

a) rychlost otáčení válců 100 min<sup>-1</sup>; b) rychlost otáčení válců 40 min<sup>-1</sup>

Fig. 4 Temperatures of iron aluminide rolled in protective capsule, obtained by mathematical modelling in the program FORGE 3D (red line – centre of the specimen; blue line – edge part of aluminide under the capsule in sub-surface of the contact area with the roll; yellow arrows indicate drop of temperature during passes 1 to 7)

a) rotational speed of the rolls 100 min<sup>-1</sup>; b) rotational speed of the rolls 40 min<sup>-1</sup>



Obr. 5 Teplotní pole v podélném řezu pásmem deformace a ve výstupní rovině při 6. průchodu pro dvě varianty rychlosti otáčení válců (černá čára uvnitř provalku reprezentuje rozhraní aluminid/kapsle)

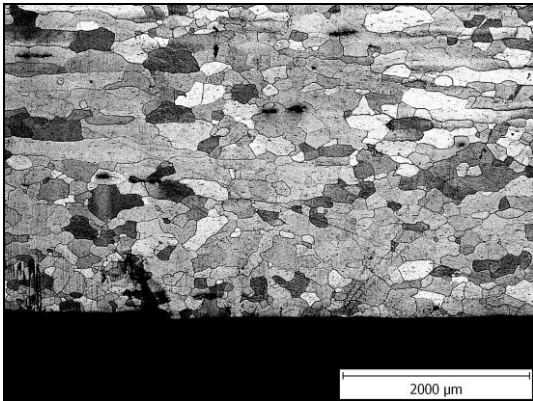
Fig. 5 Temperature field in longitudinal section through the deformation zone and in the output plane at the 6<sup>th</sup> pass for two variants of rotational speed of the rolls (black line inside the rolled material represents the boundary aluminide/capsule)

### 2.3 Mikrostruktura vývalků

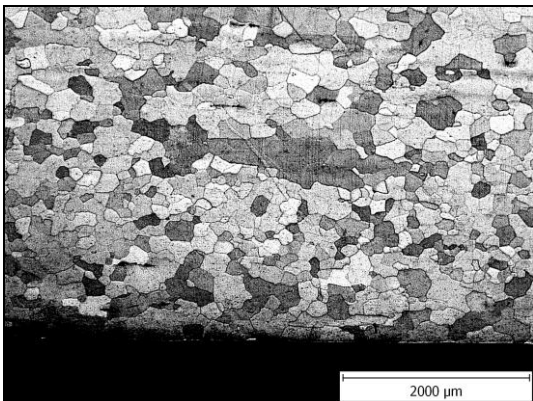
Na obr. 6 jsou porovnány mikrostruktury vývalků při malém zvětšení. Je zřejmé, že při nejnižší rychlosti válcování 0,14 m·s<sup>-1</sup> (vzorek H6) nedošlo k úplné rekrytalizaci výchozí hrubozrnné struktury, protože vlivem déletrvajícím odvodu tepla do válců příliš poklesla teplota materiálu zejména v povrchových

vrstvách vzorku. Ani u vzorku H7 neproběhla rekrytalizace dokonale, ale zrno už bylo intenzivně zjemněno. Optimálních výsledků bylo dosaženo při válcovací rychlosti 0,34 m·s<sup>-1</sup> (vzorek H3 odpovídající rychlosti otáčení válců 100 min<sup>-1</sup>) – výsledná struktura je jemnozrnná a homogenní. S dále se zvyšující rychlostí válcování (vzorky H8 a H9) bylo místně dosaženo ještě menší velikosti zrna, ale heterogenita

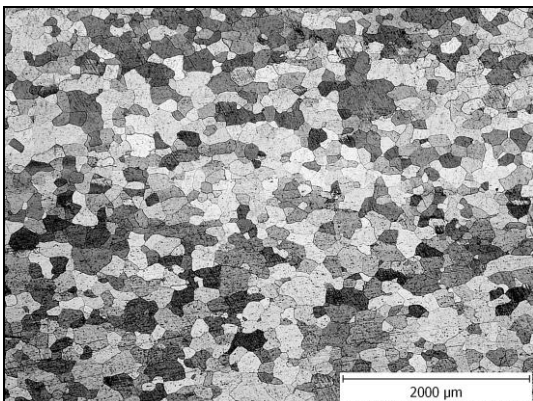
struktury vykazovala rostoucí tendenci. Měřením bylo zjištěno, že střední velikost výsledného zrna je 227  $\mu\text{m}$  u vzorku H6, u vzorku H9 to je 189  $\mu\text{m}$  a nejnižší velikosti zrna 176  $\mu\text{m}$  bylo dosaženo u vzorku H3. Při nejvyšší válcovací rychlosti 0,51  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  (vzorek H9) bylo zaznamenáno množství vnitřních dutin a mikrotrhlin, protažených ve směru válcování. Nejvyšší i nejnižší aplikovaná válcovací rychlost tedy vedla ke zhoršení technologické tvařitelnosti za tepla slitiny Fe-40Al-Zr-B – viz detail na obr. 7.



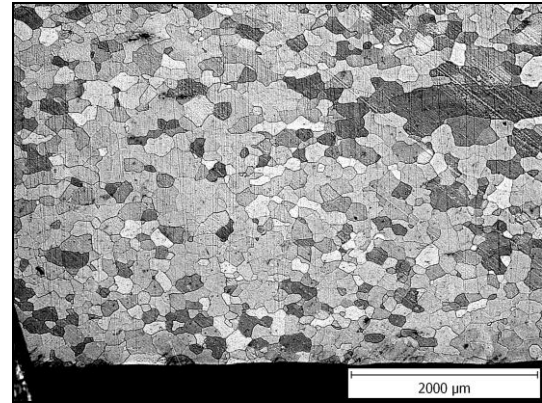
a) vzorek/specimen H6 – 40  $\text{min}^{-1}$



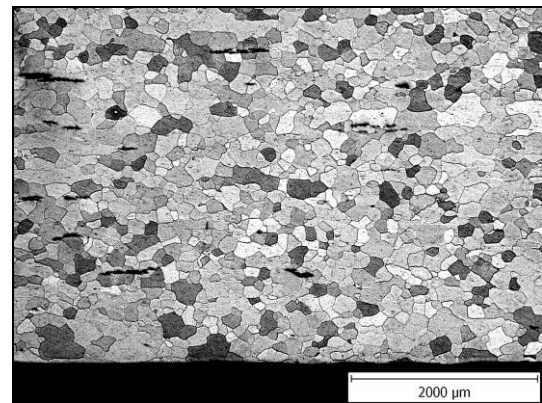
b) vzorek/specimen H7 – 80  $\text{min}^{-1}$



c) vzorek/specimen H3 – 100  $\text{min}^{-1}$



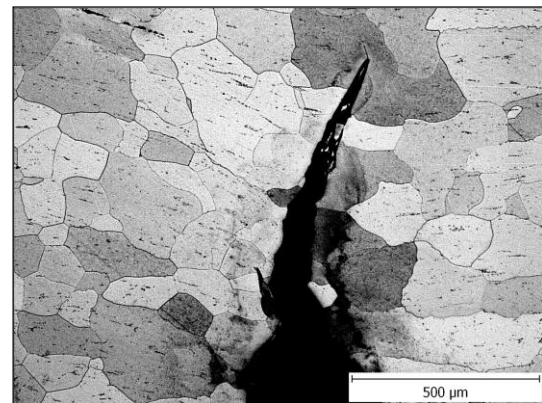
d) vzorek/specimen H8 – 120  $\text{min}^{-1}$



e) vzorek/specimen H9 – 150  $\text{min}^{-1}$

Obr. 6 Mikrostruktura vzorků válcovaných při různých rychlostech otáčení válců

Fig. 6 Microstructure of specimens rolled at different rotational speed of the rolls



Obr. 7 Detail transkrystalické trhliny v povrchové oblasti vzorku H6

Fig. 7 Detail of transcrystalline crack in surface area of the specimen H6

## Závěr

V návaznosti na předchozí etapu experimentálních prací se podařilo určit optimální podmínky pro laboratorní válcování aluminidu železa typu Fe-40Al-Zr-B. Tato křehká slitina je prakticky válcovatelná jen při použití ochranných kapslí z feritické oceli, bránících přílišnému odvodu tepla do pracovních nástrojů a masivnímu vzniku příčných povrchových trhlin.

Nejvyšší technologické tvařitelnosti bylo dosaženo při aplikaci pece vyhřáté na teplotu 1200 °C pro přehřev i mezioperační ohřev materiálu a při střední válcovací rychlosti cca 0,3 m·s<sup>-1</sup>. V souladu s předchozími plastometrickými experimenty se projevilo, že zvyšování válcovací rychlosti na cca 0,5 m·s<sup>-1</sup> vede ke snižování plasticity dané slitiny za tepla.

Při nejnižší rychlosti válcování (cca 0,1 m·s<sup>-1</sup>) byla dle výsledků plastometrických zkoušek očekávána dobrá tvařitelnost, ale jak prokázaly výsledky laboratorního válcování i matematického modelování teplotních polí během celého válcovacího cyklu, technologická tvařitelnost byla dramatičticky snížena odvodem tepla do pracovních válců během jejich příliš dlouhé doby styku s provalkem. V tomto případě ani ochranná kapsle nezabránila vzniku příčných trhlin na povrchu daného aluminidu.

Projevilo se, že technologická tvařitelnost při válcování slitiny Fe-40Al-Zr-B za tepla nízkými rychlostmi je vzhledem k rychlejšímu chladnutí materiálu výrazně nižší, než její plastické vlastnosti určené izotermickými plastometrickými zkouškami s využíváním ohříváných pracovních nástrojů.

#### Poděkování

**Práce byly provedeny v rámci řešení projektů P107/10/0438 (GAČR), CZ.1.05/2.1.00/01.0040 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum" (v rámci Operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace, financovaného ze strukturálních fondů EU a ze státního rozpočtu ČR) a SP2012/196 (v rámci Specifického vysokoškolského výzkumu na VŠB-TUO podporovaného MŠMT ČR).**

#### Literatura

[1] BAKER, I., MUNROE, P. R. Mechanical properties of FeAl. *International Materials Reviews*. 1997, roč. 42, č. 5, s. 181-205.

- [2] KUPKA, M. Technological plasticity studies of the FeAl intermetallic phase-based alloy. *Intermetallics*. 2004, roč. 12, č. 3, s. 295-302.
- [3] REDDY, B. V., DEEVI, S. C. Thermophysical properties of FeAl (Fe-40 at.% Al). *Intermetallics*, 2000, č. 8, s. 1369 – 1376.
- [4] HAUŠILD, P., KARLÍK, M., ŠÍMA, V., ALEXANDER, D.T.L. Microstructure and mechanical properties of hot rolled Fe-40 at.% Al intermetallic alloys with Zr and B addition. *Materials Science and Technology*. 2011, roč. 27, č. 9, s. 1448-1452.
- [5] HAJALIGOL, M.R., DEEVI, S.C., SIKKA, V.K., SCOREY, C.R. Thermomechanical process to make iron aluminide (FeAl) sheet. *Materials Science and Engineering*. 1998, roč. A258, č. 1-2, s. 249-257.
- [6] SCHINDLER, I., ŠULA, M. Přihláška patentu PV 2008-301, 2008 (Úřad průmyslového vlastnictví ČR).
- [7] SCHINDLER, I., KRATOCHVÍL, I., PROKOPČÁKOVÁ, P., KOZELSKÝ, P. Forming of cast Fe – 45 at.% Al alloy with high content of carbon. *Intermetallics*. 2010, roč. 18, č. 4, s. 745-747.
- [8] SCHINDLER, I., KONEČNÁ, K., KULVEITOVÁ, H., KOPEČEK, J., JAROŠOVÁ, M., HANUS, P., ŠÍMA, V., CAGALA, M., KOZELSKÝ, P., LEGERSKI, M., KAWULOK, P., RUSZ, S., ŠUMŠAL, V. Hot Rolling of Brittle Fe-40at.% Al Type Alloy. *Hutnické listy*. 2010, roč. 63, č. 6, s. 26-31.
- [9] SCHINDLER, I.; ŠUMŠAL, V.; HANUS, P. Hot rolling of brittle aluminide of type Fe-40Al-Zr-B. *Hutnické listy*. 2011, roč. 64, č. 6, s. 56-61.
- [10] ŠUMŠAL, V.; SCHINDLER, I.; ŠÍMA, V.: Prevention of Cracking in Hot Pressing of Iron Aluminide Alloy with Limited Formability. *Hutnické listy*. 2011, roč. 64, č. 4, s. 76-79.
- [11] ŠÍMA, V., KRATOCHVÍL, P., KOZELSKÝ, P., SCHINDLER, I., HÁNA, P. FeAl-based alloys cast in an ultra-sound field. *International Journal of Materials Research*. 2009, roč. 100, č. 3, s. 382-385.
- [12] SCHINDLER, I.; ŠUMŠAL, V.; CAGALA, M.; KULVEITOVÁ, H.; KNAPIŃSKI, M. Determination of activation energy in hot forming of alloy Fe-40Al type. In: *METAL 2011*, Conference Proceedings. Ostrava: Tanager Ltd, 2011, s. 343-349.

## Modernizace pohonů na dvou válcovnách

ArcelorMittel to modernize main drives in hot rolling mills. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 13

Na válcovně firmy ArcelorMittal v Ghentu v Belgii se na hotovném pořadí vyměňují stávající stejnosměrné pohony za střídavé, které dodává firma Siemens. Stejná výměna probíhá i na obdobné francouzské válcovně v Dunkirk. Oba projekty jsou součástí rozsáhlé modernizace, jejímž cílem je zvýšit produktivitu a snížit výrobní náklady. U daných válcoven jde též o zvládnutí válcování značek ocelí, které vyžadují sofistikovanější technologický postup. Výměna pohonů probíhá postupně během odstávek. Motory, konvertory a další zařízení pro obě trati dodává firma Simens. Modernizace by měla být dokončena do konce roku 2016.

LJ

# výroba trubek

## Laboratorní zařízení pro výzkum technologických procesů válcování bezešvých trubek

## Laboratory Equipment for Research of Technological Processes of Seamless Tube Rolling

Ing. Petr Unucka, Ph.D., RMTVC, MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Ostrava

*V rámci investic projektu „Regionální materiálově technologické centrum“ (RMTVC) vzniklo nové ucelené pracoviště se zaměřením na fyzikální modelování procesů výroby bezešvých trubek. Samotná laboratoř je rozdělena na dvě nezávislá pracoviště a to pracoviště disponující unikátním zařízením „Univerzální válcovací stolice bezešvých trubek“ a pracoviště tepelného zpracování. Válcovací stolice je unikátní svou konstrukční koncepcí, kdy lze dvouválcovou variantu přestavět do podoby tříválcové. Přesto základní sestava dvouválcové stolice je nejdůležitější a předpokládá nejširší využití při modelování děrování v Mannesmannově procesu výroby bezešvých trubek. V porovnání s provozními zařízeními je umožněno nastavení poloh a pohybů nástrojů ve větším rozsahu než tomu je u výrobních zařízení a je vybaveno navíc celou řadou snímačů, které se běžně do provozních stolic neumísťují. Toto by mělo umožnit detailnější pohled do vztahu mezi jednotlivými parametry procesu. K základním typům prováděných zkoušek řadíme zkoušku děrovatelnosti a děrování předvalku. Pracoviště tepelného zpracování má umožnit tepelné zpracování žiháním, kalením (kalicií médium vzduch, vodní lázeň a vodní sprcha) a popuštěním. Výstavba a dodání vybavení laboratoře se předpokládá do konce roku 2012.*

*Within investments of the project of Regional Materials Science and Technology Centre (RMSTC) a new comprehensive workplace was created focused on physical modelling of seamless tubes production. The laboratory is divided into two workplaces, namely the so called “Universal rolling mill for production of seamless tubes“ and heat treatment of tubes. In the past (in the seventies of the 20<sup>th</sup> century) a whole set of similar facilities existed at the Department of Materials Forming of the Faculty of Metallurgy and Materials Engineering of at the Technical University VSB-TU Ostrava (Doc. Ing. M. Snášel). These were mainly rolling mill for rolling seamless tubes like three-roll, two-roll and four-roll arrangement. The mill was equipped with sensors for sensing forces for each roll on the front and rear adjusting screw, pressure forces on the piercing plug and its frame. Manufacturing facilities are not equipped with a possibility of measuring power parameters in the process of punching in operating conditions. The main indicator for monitoring the course of forming is the electric current value of electric rolling mill motors, or its electric evolution in time. Based on a similar concept a feasibility study was prepared for a new facility for production of seamless pipes by rolling (supplier - BKB Metal Inc.). Based on the different variants generated in this study the project was prepared (suppliers – KonCAD Ltd., BKB Metal Inc., Autel Inc., IVV Emgineering Ltd.) and the whole laboratory was created (by Trinec Engineering Ltd.). Rolling mill is unique in concept of its design, which can be two-roll variant rebuilt into a three-roll variant. Yet the basic two-roll set of the mill is the most important and expects greater use of modelling of the process Mannesmann piercing process at production of seamless tubes. In comparison with real industrial rolling mills it is possible to adjust positions and movements of the instruments in a greater extent than in the case of the manufacturing facilities. Laboratory equipment is also equipped with a number of sensors that are usually not located on the rolling mill. This should allow a more detailed insight into the relationship between the process parameters. The basic types of tests comprise piercing test and piercing of billet under laboratory conditions without the need of testing during production. Final results should be validated in real process, at least to a limited extent. The workplace of heat treatment should allow heat treatment, such as annealing, quenching (quenching using air as medium, as well as water bath and water shower) and tempering. Construction and delivery of the laboratory equipment is expected by the end of 2012.*

V rámci řešení projektu Regionální materiálově technologické výzkumné centrum (RMTVC) vzniklo ve společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. (MMV) nová laboratoř se zaměřením

na fyzikální modelování procesů výroby bezešvých trubek. Samotná laboratoř je rozdělena na dvě nezávislá pracoviště a to pracoviště disponující unikátním

zařízením „Univerzální válcovací stolice bezešvých trub“ a pracoviště tepelného zpracování.

V minulosti byla v rámci Československé republiky obdobná zařízení postavena v 70. letech 20. stol. pod odborným vedením doc. Ing. Metoděje Snášela, CSc. na katedře Tváření kovů VŠB v Ostravě [1]. Jednalo se o duo stolici pracující jako poutnice a automatik, dalším zařízením byla tříválcová stolice pro kosé válcování. Tato tříválcová stolice mohla pracovat jako děrovací stroj, Asselova válcovací stolice, hladicí stroj, elongátor a v omezeném rozsahu jako rozšiřovací stolice. Dále byla postavena 2 až 4válcová stolice pro kosé válcování. Poslední akcí pak byla přestavba zmíněné duo stolice na tlačnou děrovací stolici – PPM. Dále mělo pracoviště k dispozici hydraulický lis pro děrování, zařízení pro tažení čtyřhranných trubek za tepla a zařízení pro měření sil při tažení trubek za studena [2].

Charakteristické parametry tříválcového stroje byly následující: pohon napětí 500 V, příkon 100 kW, otáčky 700-1400 min<sup>-1</sup>, převodová skříň s převodem 1:12. Průměr pracovních válců max. 170 mm, délka válců 250 mm, otáčky 30 -112 min<sup>-1</sup>, sklon os válců 0 - 12°, úhel rozválcování 0 až 3°. Vstupní materiál měl průměr 40 až 70 mm a délku 100 až 400 mm. Konstrukce válcovací stolice byla přizpůsobena pro zabudování snímačů k měření silových parametrů kosého válcování. U provozních válcovacích stolic pro kosé válcování nejsou běžně sledovány silové parametry procesu tváření. Jediným ukazatelem, ze kterého lze usuzovat na průběh deformace, je intenzita proudu a proudová charakteristika pohonu. Vzhledem k této skutečnosti, je sledování různých závislostí výhodnější provádět u laboratorních pokusných zařízení, která umožňují v širokém rozsahu provádět detailní měření a analýzu jednotlivých závislostí bez přímého omezení produkce výrobních zařízení. Zjištěné výsledky je samozřejmě vhodné následně ověřit v provozních podmínkách [3]. Výše uvedená válcovací stolice kosého válcování byla vybavena snímači pro měření sil na všech válcích, a to vždy na předním i zadním stavěcím šroubu, měření osové síly na trnu, osové síly působící na nosník trnu, kroutících momentů všech poháněcích vřeten, výkonu hnacího motoru, otáček pracovních válců a teploty válcovaného materiálu [4]. Všechna zařízení byla následně na počátku 90. let. 20. stol. v důsledku ukončení a nepokračování ve výzkumu sešrotována, a to i s převážnou většinou naměřených dat [2].

Vlastní příprava na investici výstavby nové válcovací stolice začala již v roce 2010 vypracováním studie proveditelnosti, kterou zabezpečovala firma BKB Metal, a.s. [5].

Na základě této studie byla pro realizaci univerzálního děrovacího stroje a centra pro tepelné zpracování zvolena varianta, určující umístění laboratoře do nového vestavku v hale poloprovozní výroby ve společnosti MMV. Výběrové řízení na komplexní dodávku

laboratoře vyhrála firma Trinecký inženýring, a.s. Výstavba a dodání vybavení samotné laboratoře by mělo být ukončeno do konce roku 2012.

Toto laboratorní zařízení bude zaměřeno na čtyři oblasti procesu válcování bezešvých trubek:

1. modelování ohřevu vsázky;
2. modelování procesu děrování;
3. modelování procesu termomechanického zpracování;
4. oblast tepelného zpracování trubek.

Současně předpokládáme úzkou provázanost s pracovišti matematického modelování a numerické simulace a fyzikálního modelování (experimentální stanovení deformačního chování různých kovových materiálů – univerzální torzní plastometr SETARAM).

Využití tohoto zařízení se předpokládá při řešení technologických problémů ve společnostech zabývajících se výrobou bezešvých trubek, a to v návrhu, simulaci a optimalizaci technologického postupu výroby bezešvých trubek, včetně tepelného zpracování (v rámci České republiky jde o firmy TŽ a.s. a Válcovny trub Chomutov, a.s.).

## Koncepce laboratoře

V rámci výstavby laboratoře byl vyklizen prostor v hale poloprovozní výroby v MMV a následně zde byl zřízen nový vestavek na nové železobetonové desce jako ocelová konstrukce opláštěná a zastřešená panely (kompletizované panely v provedení minerál s povrchovou úpravou FeZn s povlakováním PES tl. 120 mm). Vestavek využívá dvou zdí haly, na které je navázán. Vznikl tak jednopodlažní objekt pravidelného obdélníkového půdorysu o rozměrech 17,7 x 6,9 m a maximální výšce 5,47 m (obr. 1). Takto uzavřený prostor, ve kterém je umístěna technologie, zaručuje laboratoři vhodné podmínky pro činnost laboratoře, a to vhodné osvětlení, stabilní teplotu, omezení prašnosti a hluku, který vzniká od ostatních technologií v hale poloprovozu. Tuto část investice dodala firma Klimaproduct, a.s.

Právě teplota je řízena ve vestavku klimatizační jednotkou umístěnou na vnější stěně vestavku (obr. 2). Navržená klimatizační jednotka sestává z části pro úpravu přiváděného vzduchu a z části pro odvod vzduchu. Tato jednotka udržuje stabilní teplotu 20 °C a zároveň odvádí teplotní zátěž z pecí a kalicího centra mimo vestavek. V době, kdy nebude v provozu technologie, je zajištěno pouze temperování prostoru na teplotu 5 °C bez přívodu čerstvého vzduchu, pouze s ohřevem cirkulujícího vnitřního vzduchu.

Manipulace uvnitř vestavku je zajištěna malým mostovým jeřábem o nosnosti 1,6 tun ovládaným ze země dálkovým ovladačem od firmy KRANTECHNIK S.R.O.



Vzhledem k návaznosti na vjezdovou komunikaci do haly je vestavek osazen dvěma vchody, jedním nouzovým východem a vraty pro vjezd paletového či vysokozdvížného vozíku.



Obr. 1 Vnitřek vestavku před navezením technologie  
Fig. 1 The interior of laboratory before delivery of equipment



Obr. 2 Klimatizační jednotka laboratoře umístěná na stěně vestavku  
Fig. 2 Air conditioner of laboratory located on the wall-building

## Univerzální válcovací stolice pro výrobu bezešvých trubek

První pracoviště laboratoře je vybaveno unikátním zařízením, tzv. univerzální válcovací stolicí. Konstrukci tohoto zařízení navrhla firma KonCAD s.r.o. a jeho dodávku zabezpečila firma VÚHŽ a.s. ve spolupráci dalších firem např. Autel, a.s. a IVV Engineering s.r.o. Tato dodávka je zcela unikátní a obdobné zařízení nyní v České republice neexistuje.

Zařízení sestává z mechanické části, pohonů, hydraulického systému a systému řízení a regulace. Mechanickou část lze rozdělit na pohon tvořený třemi, resp. dvěma elektromotory s kardanovými hřídelemi pohánějícími pracovní válce (obr. 3) a vstupní část – zavádění ohřátého předvalku do záběru mezi pracovní válce (obr. 4, 5 a 6). Po průchodu válcovací mezerou je vývalek zachycován ve výstupní části stolice, kde je umístěno vedení předvalku, opěrné ložisko trnové tyče, a výstupní chladicí rošt s vyhazovačem. Pohyb v této části zabezpečuje válečkový dopravník (obr. 7).



Obr. 3 Univerzální válcovací stolice pro výrobu bezešvých trub – pohled od pohonů  
Fig. 3 Universal rolling mill for the production of seamless pipes - view from the engines

Stolice je konstruována jako stavebnicová, tj. lze u ní podle potřeby měnit uspořádání z dvouválcového na trojválcové. U dvouválcové varianty je možno volit způsoby podpírání, a to opěrným (nehnatým) válcem, nebo pravítkem, a to oboustranně nebo jen z jedné strany (osa děrování pak jde nad rovinu os pracovních válců) [7].



Obr. 4 Tříválcová varianta válcovací stolice  
Fig. 4 Three rolls variant of rolling mill



Obr. 5 Dvouválcová varianta válcovací stolice  
Fig. 5 Two rolls variant of rolling mill

Na základě koncepce podle [4] byly zvoleny snímané parametry, a to silové: přítlačná síla pracovních válců (každý válec samostatně, vždy na předním a zadním uložení), přítlačná síla předvalku mezi válce; měření pohonů: hnací moment pracovních válců a otáčky pracovních válců (vždy každý samostatně); měření teploty: teplota předvalku a vývalku [7].



Obr. 6 Detail prostoru mezi pracovními válci ve směru od vstupu předvalku

Fig. 6 Detail of the space between the working rollers in the direction of the billet input

Důležité technické parametry jsou především: úhel vzájemného sklonu válců 0 až 75°, přítlačná síla válce max. 300 kN, průměr pracovních válců 200 až 240 mm. Hlavní pohon zabezpečují tři asynchronní elektromotory s příkonem 37 kW opatřené frekvenčním měničem, otáčky pracovních válců 0 až 180 min<sup>-1</sup> [8]. Rozměry vstupního materiálu se předpokládají Ø 50 až 60 mm, délky 200 až 400 mm, tedy hmotnosti cca 9 kg. Teplota válcovaných kusů se bude pohybovat okolo 1300 °C. Manipulace mezi ohřívací pecí a hydraulickým podavačem se bude provádět ručně. Válcovaný materiál bude po průchodu mezi válci veden vodicími válečky (tři trojice válečků za sebou). Po ukončení tváření se otevře opěrné ložisko děrovací tyče a ta i s kusem bude položena na válečky dopravníku. Válečkový dopravník vyjede nad vyhazovač, který válcovaný materiál i trnem vyhodí na chladicí rošt, kde se trnová tyč ručně vytáhne a dá chladit. Činnost samotné stolice je ovládána z řídicího pultu. Výběhová část má vlastní ovládací pult ustavený na otočném sloupku (obr. 7).

Ohřev předvalku probíhá v ohřívací peci dodanou firmou LAC s.r.o. (obr. 8). Vnitřní rozměry pece jsou 700 x 450 x 700 mm, jmenovitý elektrický příkon topení 29 kW. V peci je možno provádět řízený ohřev podle předem zadané křivky až do teploty 1350 °C. Otvírání a zavírání dveří je pneumatické, ovládané pedálovým spínačem. Pec je také vybavena přívodem ochranného plynu (N<sub>2</sub>). Zakládání ohřátého kusu do válcovací stolice je ruční [9].



Obr. 7 Výběhová část – válečkový dopravník, vyhazovač a chladicí rošt

Fig. 7 Lead-out section - roller transporter, ejector and cooling grate



Obr. 8 Ohřívací pec pro ohřev vsázky pro válcování

Fig. 8 Heating furnace for heating the billet for rolling

### Pracoviště tepelného zpracování

Druhé samostatné pracoviště laboratoře je pracoviště tepelného zpracování zaměřené na tepelné zpracování celých přířezů z trubek. Jedná se o dvě šachtové pece a kalicí centrum.

Kalicí pec s cirkulací vnitřní atmosféry má vnitřní rozměry Ø 800, výška 1200 mm, maximální teplota pece je 1250 °C, maximální hmotnost vsázky 500 kg a jmenovitý elektrický příkon topení je 70 kW (obr. 9). Pohyb víka pece je zajištěn ve vertikálním směru hydraulicky, v horizontálním pak ručně. Dále je pec vybavena přívodem ochranného plynu (N<sub>2</sub>), který je do

pece vpouštěn pomocí elektromagnetického ventilu a množství plynu je měřeno průtokoměrem.

Popouštěcí pec s cirkulací vnitřní atmosféry má vnitřní rozměry  $\varnothing$  800, výška 1200 mm, maximální teplota pece je 850 °C, maximální hmotnost vsázky 500 kg a jmenovitý elektrický příkon topení je 50 kW (obr. 9). Pohyb víka pece je zajištěn ve vertikálním směru hydraulicky, v horizontálním směru pak ručně. Pec je navíc osazena ventilátorem chlazení a větracími klapkami pro zrychlené chlazení řízenými servopohony. Dále je pec také vybavena přívodem ochranného plynu ( $N_2$ ). Plyn je do pece vháněn pomocí elektromagnetického ventilu a jeho množství je měřeno průtokoměrem.

Poslední jednotkou tohoto pracoviště je kalicí zařízení (kalicí lázeň – obr. 8). Kalicí zařízení umožňuje kalení ponořením do lázně nebo vodní mlhou. Lázeň je vybavena trubkovým prstencem s tryskami. Vnitřní rozměry kalicí nádrže jsou 2000 x 1400 x 1450 mm (délka x šířka x hloubka), objem lázně je 4000 litrů, kalicí medium je voda, max. hmotnost kaleného kusu je 500 kg, topný příkon je 30 kW, teplota kalicího média je 30-60 °C. Cirkulace vody v lázni zabezpečuje cirkulační čerpadlo, chlazení kalicího média (vody) je zajištěno dopouštěním chladicí vody z rozvodu. Vstupní otvor do lázně je vybaven plechovým límcem pro zachycení odparu při kalení, výška hladiny je snímána hladinoměrem. Vsázka se zakládá na rošt, který sjíždí do kalicího média. Pohon roštu je elektricky ovládan, rychlost spouštění je nastavitelná, pro ohřev vody je lázeň vybavena topnými tělesy, teplota lázně je snímána termočlánkem.

Pece jsou řízeny systémem PLC SIMATIC S7-200, který řídí teplotní profil pecí, průtok ochranného plynu (hodnota průtoku se nastavuje ručně), teplotu kalicí vody v lázni a pohyb vsázkového roštu lázně. Do nadřazeného řídicího systému bude možno zaznamenat měřenou a žádanou hodnotu teploty ve všech pecích, hodnotu průtoku ochranného plynu a teplotu vody v kalicí lázni. Dále bude umožněno z nadřazeného řídicího systému nastavovat teplotní profily všech zařízení a vybrané programy ukládat do paměti.



Obr. 9 Kalicí (vlevo) a popouštěcí pec (vpravo)  
Fig. 9 Quenching (left) and tempering furnace (right)



Obr. 10 Kalicí centrum pro kalení přířezů trubek do vodní lázně, nebo vodní sprchou  
Fig. 10 Quenching center for hardening of tube rings, in a water bath, or water mist

## Závěr

V rámci řešení projektu RMTVC se podařilo realizovat investici s názvem „Laboratorní zařízení pro výzkum technologických procesů válcování bezešvých trubek“, které spadá ve společnosti MMV s.r.o. pod „Laboratoř modelování a optimalizace technologií tváření“. Teprve až po zdárném předání investice společnosti MMV a jejího plného zprovoznění bude možno posoudit zdařilost výstavby. Dotažení celé investiční akce do zdárného konce si však jistě ještě vyžádá jak celou řadu úprav zařízení, tak vývoj metodiky – technologie zkoušení na tomto zařízení.

**Tato práce vznikla při řešení projektu č. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum“, v rámci Operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace, financovaného ze strukturálních fondů EU a ze státního rozpočtu ČR.**

## Literatura

- [1] SNÁŠEL, M. Komplexní hodnocení děrovatelnosti trubkových ocelí. *Hutnické listy*, roč. XXXIII, č. 9 (1978), s. 628-631
- [2] SNÁŠEL, M.: ústní sdělení, 2010
- [3] SNÁŠEL, M.: *Laboratorní zařízení katedry používané při výrobě bezešvých trubek*. Pomocný propagační materiál. FMMI-Katedra tváření materiálu, VŠB-Technická Univerzita Ostrava, 1990
- [4] ŠELONK, B., SNÁŠEL, M.: Měření energosilových parametrů při kosém válcování na laboratorní válcovací stlici. *Hutník*, vol. 27, No. 5, 1977, pp. 188 – 192
- [5] JUREK, J. a kol.: *Laboratorní zařízení pro výzkum technologických procesů válcování bezešvých trub*. Prováděcí studie. BKB-TZ-4876. BKB Metal, a.s., 2011
- [6] *Realizační dokumentace stavby*. BKB-TZ-5194 Ocelové konstrukce jeřábové dráhy a vestavku; BKB-TZ-5203 OPLÁŠTĚNÍ VESTAVKU; BKB-TZ-5205 Klimatizace vestavku. BKB Metal, a.s., 2012
- [7] MAŠLONKA, I.: *Laboratorní válcovací zařízení pro výzkum technologických procesů válcování bezešvých trub*, 4-M-19 140. Technická zpráva. KonCAD, 2011
- [8] *Realizační dokumentace stavby*. D11723103.TZ, D11723304.TZ, Autel, a.s., 2012
- [9] *Průvodní technická dokumentace*: Průmyslová kalicí pec PK 250/13, Šachtová pec SC600/12, Kalicí kontejner KLV4000, Šachtová popouštěcí pec SC600/85, LAC s.r.o., 2012.

## Poloprovozní ověření výroby žárupevné oceli s 10 % Cr pro trubky tepelných elektráren

### Verification of Pilot Plant Production of Heat Resistant Steel with 10% Cr for Pipes for Thermal Power Plants

**Ing. Vladislav Kurka, Ph.D., Ing. Petr Unucka, Ph.D., Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D., Ing. Zbyněk Hudzieczek, MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., doc. Ing. Jiří Cieñciala, CSc.,** Vysoká škola podnikání, a.s., Ostrava, **Dr. Augusto Di Gianfrancesco,** Centro Sviluppo Materiali S.p.A., a.digianfrancesco@c-s-m.it.

*Rozvoj energetického průmyslu sebou nese zvyšování požadavků na kvalitu vyráběných materiálů používaných v teplotně a tlakově namáhaných částech. V podmínkách společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. (MMV) byl realizován, návrh, příprava výroby a ověření výroby žárupevného materiálu s 10 % Cr modifikovaného W a Co pro italskou výzkumnou společnost Centro Sviluppo Materiali S.p.A. V MMV byla na software MAGMA<sup>5</sup> provedena numerická simulace odlévání ingotu a následně byl na zařízení „Vakuová a přetlaková indukční tavicí pec“ vyroben ingot, který se poté přetavil na zařízení „Elektrostruskové přetavování“. Po řízeném vychlazení ingotu bylo provedeno jeho překování, následovalo děrování a poté válcování do podoby trubky o rozměrech 219/25x4000 mm.*

*Development of the power engineering brings increasing demands on the quality of the produced materials used in the components, which are under temperature and pressure loads. In conditions of the research institute MATERIAL AND METALLURGICAL RESEARCH Ltd. (MMV) the heat resistant material with 10 % Cr modified by Co and W designated for the Italian research company Centro Sviluppo Materiali S.p.A was developed and its production was prepared and verified. With use of the software MAGMA5 numerical simulations of ingot casting were performed in the MMV, and subsequently an ingot VPIM was produced in the unit "Vacuum and Pressure Induction Melting furnace". The ingot was then re-melted in the unit "Electro slag re-melting" to the ESR ingot. After re-melting the ingot ESR was controlled cooled. After controlled cooling, the ingot was forged in the company Strojírny Třinec a.s. The forging was followed by punching in VÍTKOVICE HEAVY MACHINERY and then rolling was carried out in the company TRINECKÉ ZELEZARNY - plant VT - Tube Mill. The resulting tube with dimensions 219/25x4000 mm is currently being subjected to quality control. The manufacturing companies, which verify the material involved, have confirmed that they were able to manage partial manufacturing operations, despite the fact that these materials require generally intensive production, forming and heat treatment. The manufactured pipes are currently being evaluated and publication of results is expected after completion of their evaluation.*

V současné době ve světě roste trend využívání obnovitelných zdrojů energie při výrobě elektrické energie. Jedná se většinou o tepelné elektrárny, které využívají uhlí a jiná fosilní paliva. V návaznosti na snižování nákladů se požaduje zvyšování jakostních parametrů stěžejních komponent elektráren z hlediska zvyšování životnosti a snižování ekonomiky výroby. Redukce hmotnosti příváděcího potrubí může správným výběrem materiálu snížit hmotnost až o 60 % a návazně také náklady, kdy např. při použití materiálu P22 je potřeba 166t a při použití P91 je potřeba 100t [1].

Práce se zabývá žárupevnou ocelí, kterou lze zařadit do skupiny tzv. modifikovaných ocelí s 9-12 % Cr, jež mají po ochlazení na vzduchu martenzitickou strukturu a s následným tepelným zpracováním by měly dosahovat vysokých creepových vlastností. Obecné využití těchto ocelí je např. stavba potrubí vystaveného tlakovému a tahovému namáhání při teplotách až do cca 600 °C.

Dlouhodobé mechanické vlastnosti žárupevných ocelí při práci za zvýšené teploty jsou zejména závislé na:

- chemickém složení,
- struktuře materiálu (ferit, perlit, bainit, martenzit),
- defektnosti matrice a její substrukturny a
- precipitačním zpevnění.

Pro metalurgickou výrobu je zásadní definice chemického složení, následně také způsob odlévání a popř. přetavování. Chemické složení materiálu má vliv na výsledné mechanické, creepové a pevnostní vlastnosti a můžeme je ve zkratce popsat následovně: chrom zvyšuje odolnost proti oxidaci a korozivzdornost, avšak má menší vliv na změnu pevnosti oceli při tečení. Za zvýšené teploty nejefektivněji na zpevnění materiálu působí vanad, niob, dusík a bor, kde vanad, niob, dusík a uhlík v závislosti na poměru jejich obsahů v oceli vytvářejí karbidy a karbonitridy, jež dávají materiálu žárovzdornost. Při zvýšeném obsahu chromu je využíván pro zvýšení pevnosti proti tečení bor. Hlavními precipitáty v ocelích s 9-12 % Cr jsou karbidy  $M_{23}C_6$  a jako sekundární roztoky obsahují Cr,

Fe, Mo a W, jež se vyskytují na hranicích zrn a brání růstu zrn feritu.

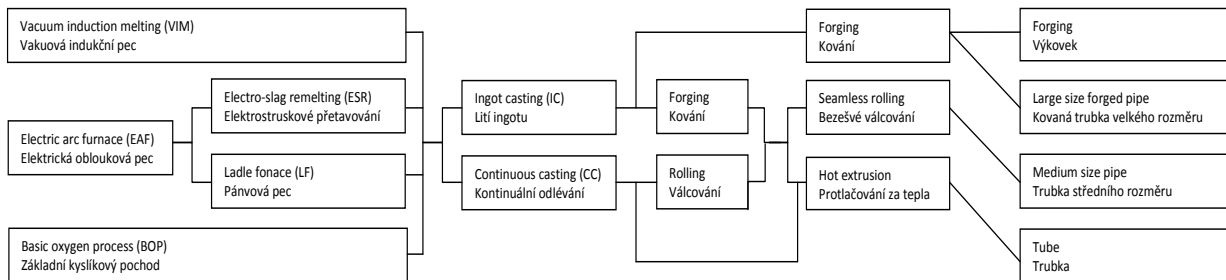
Na základě numerické predikce stability fází při teplotě 650 °C v programu ThermoCalc lze předpokládat rozvoj stabilního fázového složení po dlouhodobých creepových zkouškách této oceli do oblasti: ferit (matrice) +  $M_{23}C_6$  (složení  $(Cr,Fe)_{23}C_6$ ) + Lavesova fáze (složení  $(Fe,Cr)_2(W,Mo)$ ) + Z fáze (složení VCrN).

Problematika výroby a uvedení do provozu těchto materiálů je velmi obsáhlá a zahrnuje většinu vědních oborů zabývajících se výrobou, tvářením, hodnocením a analýzou materiálů.

Tato práce prezentuje první výsledky ověření možnosti výroby žárupevné oceli s 10 % chromu modifikované přísadou Co a W (dále jen oceli 10Cr).

## Technologie výroby

Žárupevné materiály s vysokými požadavky na čistotu a strukturní homogenitu jsou ve světě vyráběny na sofistikovaných metalurgických agregátech. Postupy výroby mohou být různé, např. postup výroby prototypu materiálu 9CrW trubky pro energetický průmysl prezentuje schéma na obr. 1.



Obr. 1 Proces výroby prototypu materiálu 9CrW [3]

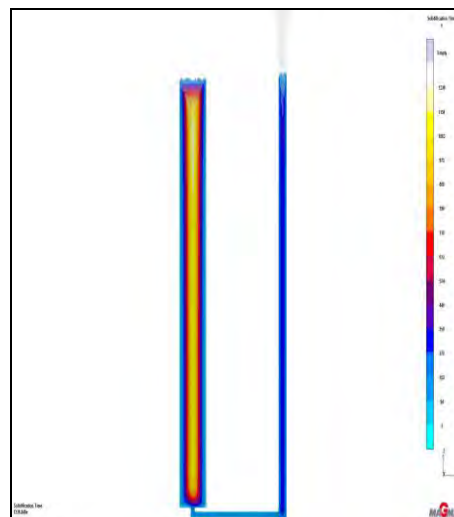
Fig. 1 Process of manufacture of prototype of the material 9CrW [3]

Na základě získaných informací byla navržena technologie výroby materiálu na metalurgických agregátech společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. (dále jen MMV), jednalo se o zařízení „Vakuová a přetlaková indukční tavní pec“ (dále jen VPIM) a zařízení „Elektrostruskové přetavování oceli“ (dále jen ESR). Návazné technologické operace tvářením a tepelného zpracování ve spolupráci s MMV vypracovaly a realizovaly společnosti: Strojírny Třinec, a.s. (dále jen ST), VÍTKOVICE HEAVY MACHINERY a.s. (dále jen VHM) a TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a. s. - provoz VT - Válcovna trub (dále jen TŽVT).

Níže jsou uvedeny základní výrobní operace a společnosti, ve kterých byly realizovány:

- numerická simulace odlévání elektrody na MAGMA<sup>5</sup> v MMV,
- výroba a odlití elektrody na VPIM v MMV,
- přetavba elektrody na slitek na ESR v MMV,
- broušení povrchu slitku v ST,
- kování slitku v ST,
- soustružení povrchu výkovku v ST,
- vrtání středové díry  $\varnothing$  90 mm ve VHM,
- rozválcování středové díry na Mannesmannově válcovacím stroji s trnem  $\varnothing$  130 a  $\varnothing$  180 mm v TŽVT (výroba kruhového děrovaného předvalku),
- válcování na poutnické stolici na trubku  $\varnothing$  219/25, délky 4700 mm v TŽVT,
- kalibrace trubky v TŽVT,
- nedestruktivní testování trubky,
- kalení a popouštění na vzduchu v TŽVT.

Z důvodu ověření možnosti odlévání elektrody bez exotermického obkladu a liciho prášku, což je dále vysvětleno, byla nejprve pomocí programu MAGMA<sup>5</sup> (společnosti MMV) numericky ověřena metoda odlévání štíhlých dlouhých ingotů. Jak je vyplývá z obr. 2, byla potvrzena možnost odlévání žárupevného materiálu dle stanovených podmínek.



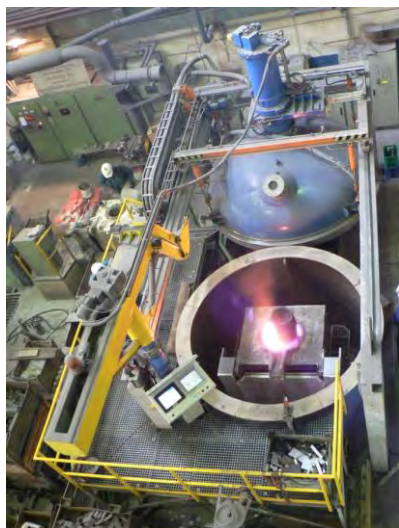
Obr. 2 Numerická simulace odlévání ingotu (elektrody)

Fig. 2 Numerical simulation of ingot casting (electrodes)

U materiálu byl definován cíl snížit obsah vodíku na max. 2 ppm, což podmínilo začlenit do výroby proces rafinace taveniny vakuem. V podmínkách MMV bylo tedy využito zařízení VPIM, které je ilustrativně prezentováno na obr. 3. Tavenina vyrobená na zařízení VPIM byla na atmosférickém licím poli odlita do

dlouhého štíhlého ingotu - elektrody pro ESR. Použití přetavby materiálu na zařízení ESR bylo zvoleno z důvodu docílení maximální strukturní a chemické homogenity a čistoty materiálu.

Pro dosažení požadavku na nízký obsah nekovových vměstků byla navržena změna technologie odlévání elektrody. Tavenina po rafinaci na VPIM byla odlévána do kokily pod ochrannou atmosférou argonu (dmýchání Ar do přikryté kokily a Ar ochrana liciho proudu) bez použití liciho prášku a exotermického obkladu hlavového nástavce. Cílem bylo získat maximálně čistý



Obr. 3 Ilustrační fotografie zařízení VPIM, kde byla realizována výroba ingotu (elektrody)

Fig. 3 Illustrative photo of the VPIM equipment, in which the ingot was produced (electrodes)

povrch elektrody a hlavového nástavce, aby při přetavbě na ESR nedocházelo k „hromadění“ nečistot v rafinační struse. Odlitá elektroda měla průměr 300 mm, délku 2900 mm a hmotnost cca 1590 kg. Chemické složení odlité elektrody, které obsahovalo (Cr, W, Co, N, B) je cca shodné s elektrostruskově přetaveným slítkem.

Zařízení ESR pracuje v MMV za atmosférických podmínek. Průběh přetavby elektrody je zachycen na obr. 4, kde výsledné rozměry slítku činily  $\varnothing$  430 mm, délka 1200 mm a hmotnost cca 1350 kg. Po rafinaci na ESR a řízeném vychlazování došlo ke snížení obsahu vodíku v oceli ze 2 ppm na 1,3 ppm.

Slítek po ESR byl ve společnosti ST nejprve, pro eliminaci případných trhlin na povrchu v podpovrchových vrstvách, před kováním obroušen z  $\varnothing$  430 mm na  $\varnothing$  415 mm, přebroušený slítek je zachycen na obr. 5. Následné kování ve dvou žárech na kovacím lisu CKV 630 na  $\varnothing$  345 mm je zachyceno na obr. 6.



Obr. 4 Přetavba elektrody na zařízení ESR

Fig. 4 Re-melting of electrode in the ESR device



Obr. 5 Slítek po ESR jakosti 10Cr obroušen z  $\varnothing$  430 mm na  $\varnothing$  415 mm

Fig. 5 Ingot after ESR treatment – grade 10Cr ground from  $\varnothing$  430 to  $\varnothing$  415 mm



Obr. 6 Kování slítku ESR z  $\varnothing$  415 mm na  $\varnothing$  345 mm

Fig. 6 Forging of the ESR ingot from  $\varnothing$  415mm to  $\varnothing$  345 mm

Opět pro eliminaci případných povrchových nečistostí a zajištění kvalitního výsledného povrchu, před tvářením, zařazeno přesoustružení povrchu výkovku z  $\varnothing$  345 mm na  $\varnothing$  320 mm. Vzhledem k výzkumnému charakteru a nemožnosti dopředu plně zmapovat mechanické a deformační charakteristiky materiálu nutné pro návrh přetváření, byla pro snadnější následné děrování zařazena operace předvrtání díry o  $\varnothing$  90 mm, jež se realizovala ve společnosti VHM. Předvrtanou díru a osoustružený povrch výkovku prezentuje obr. 7. Přetváření materiálu do podoby trubky bylo ve společnosti TŽVT provedeno ve dvou krocích. Nejprve byla středová díra výkovku rozválcována na  $\varnothing$  130 mm (viz viz obr. 8) a poté na  $\varnothing$  180 mm. Následovalo válcování na poutní válcovací stolici na trubku o  $\varnothing$  219/25 mm a délky 4700 mm, průběh této operace zachycuje obr. 9. Trubka po

prodlužování na poutnické stolici je vidět na obr. 10, ze kterého je patrné, že kraje trubky jsou silně roztrženy a bylo nutné je odřezat. Po kalibraci a odřezání konců na požadovanou délku byly konečné rozměry trubky  $\varnothing 219/25$  mm a délka 4600 mm (viz obr. 11). Poté bylo nutno trubku tepelně zpracovat, kde podle plánu byla jako první zařazena austenitizace při které dochází k rozpouštění karbidů a nitridů, jež se provádí obvykle 30-50°C nad teplotou přeměny  $A_{c3}$  (1020-1100°C). Materiál byl kalen na vzduchu s cílem přeměny austenitu plně na martenzitickou strukturu, tedy bez delta feritu. Následné popouštěcí teploty musí být pro tyto materiály vyšší, než jsou pracovní teploty oceli. Popouštění se pro tyto materiály realizuje v rozmezí 600 – 800 °C, jež se vždy řídí chemickým složením materiálu.

Během zpracování byla orientačně sledována tvrdost materiálu, kde ingot po odlití měl cca 490 HV30 a slitek po ESR 380 HV30. Rozdílné tvrdosti jsou dány tím, že ingot (elektroda) chladla na vzduchu a došlo k jeho zakalení. Kdežto slitek byl po přetavení a solidifikaci vložen do ohřívací pece, kde prošel teplotní homogenizací s řízeným ochlazením.

Výsledný povrch trubky lze opticky charakterizovat jako dostatečný, což dokládá obr. 12.



Obr. 7 Vyrtná díra  $\varnothing 90$  mm v ose výkovku  
Fig. 7 Drilled hole  $\varnothing 90$  mm in the axis of the forged piece



Obr. 8 Kruhový děrovaný předvalek  $\varnothing 130$  mm po rozválcování na Mannesmannově válcovacím stroji  
Fig. 8 Circular pierced semi-product  $\varnothing 130$  mm after rolling on the Mannesmann rolling machine



Obr. 9 Válcování na poutnické stolici  
Fig. 9 Rolling on the pilgrim mill



Obr. 10 Odřezávání konců trubek po válcování na poutnické stolici  
Fig. 10 Sawing of ends of tube after rolling on the pilgrim mill



Obr. 11 Konečný produkt – trubka po válcování a odřezání konců  
Fig. 11 Final product – tube after rolling and cutting off of its ends



Obr. 12 Detailní pohled na povrch trubky  
Fig. 12 Detailed view of the tube surface

## Závěr

Práce prezentuje prvotní získané informace a poznatky získané při provozním ověření možnosti výroby trubky  $\varnothing$  219/25 mm délky 4000 mm ze žáruvzdorného materiálu 10Cr modifikovaného W a Co pro energetický průmysl. Společnosti, které se do ověření výroby tohoto materiálu zapojily, potvrdily, že jsou schopny díleč výrobní operace zvládnout a to i přes to, že obecně jsou tyto materiály náročné na výrobu, tváření a také tepelné zpracování. Výroba trubky prošla těmito společnostmi: MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. (ingot, slitek), Strojírny Třinec, a.s. (broušení a kování), VÍTKOVICE HEAVY MACHINERY a.s. (vrtání) a TŘINECKÉ ŽELEZÁRNY, a. s. - provoz VT - Válcovna trub (válcování, prodlužování a tepelné zpracování).

V současné době probíhá vyhodnocení technologie výroby a jejího vlivu na výsledné kvalitativní parametry trubky.

## Poděkování

*Tato práce vznikla při řešení projektu č. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum", v rámci Operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace, financovaného ze strukturálních fondů EU a ze státního rozpočtu ČR.*

## Literatura

- [1] MEETHAM, G. W.: Proc. Int. Conf. *EUROMAT*, Aachen vol. 1, 1989.
- [2] Proc. Int. Conf. EPRI „*New Steel for Advanced Plant up to 620 °C*“, London, 1995.
- [3] OHGAMI, M. a kol. Development of 9CrW Tube, Pipe and Forging for ultra Supercritical Power Plant Boilers. *Nippon Steel Technical Report*, January 1997, No. 72

---

## Pro nové ocelárny není ve světě místo, staré by měly zvýšit efektivitu

e15.cz

29.11.2012

Výroba oceli ve světě je značně přebujelá, místo konsolidace a zvýšení efektivity ale sektor budeje další provoz. Píše o tom ekonomický list The Wall Street Journal (WSJ). Celková výrobní kapacita oceláren činí zhruba 1,8 mld. t ročně, ocelárny však celkově dostanou v r. 2012 zakázky jen asi na 1,5 mld. t.

Do roku 2016 by podle současných plánů mělo vzniknout dalších až 100 nových oceláren s celkovou výrobní kapacitou 350 mil. t. Odhadují to analytici konzultačních společností a v zásadě potvrzují i šéfové firem z tohoto odvětví. Nejvíce oceláren se nyní chystá ve Vietnamu, Argentině, Ekvádoru, Peru a Bolívii. Všechny mají přitom podporu svých vlád. Činitelé v těchto zemích tvrdí, že chtějí investovat do rozvoje průmyslu. Ocel z domácích hutí má směřovat k domácím producentům, čímž zároveň klesne potřeba dovozu. Takové plány sice mohou podpořit ekonomiku jednotlivých zemí, negativní dopady by ale mohly mít na vývoj globální ekonomiky.

„Pořád se objevuje někdo, kdo by chtěl stavět nové provozy. Po celém světě,“ uvedl ředitel americké ocelárny Nucor Dan DiMicco. Nucor je druhým největším výrobcem oceli v USA a zároveň stoupencem větší konsolidace tohoto sektoru. „Můžete se přít o to, co se má udělat. Není ale pochyb o tom, že výrobních kapacit je moc,“ poznamenal analytik organizace Bradford Research Charles Bradford.

Experti zároveň upozorňují, že je prakticky nemožné říci, kolik oceláren ve světě doopravdy funguje a jaká je jejich celková výrobní kapacita. Jsou totiž stovky malých provozů, převážně v Číně, které nefiguruje v žádných statistikách. Čína se na světové výrobě oceli podílí ze zhruba 46 %, prostor pro zkreslení dat je tedy nemalý. Sami experti přiznávají, že mají pouze mlhavou představu, kolik oceláren v Číně existuje. Celkový počet stanovili na 600 až 800.

Nadměrné výrobní kapacity snižují zisky výrobcům oceli a vedou k poklesu cen. Svědčí o tom poslední výsledky hospodaření předních výrobců. Největší ocelárnou světa je skupina ArcelorMittal, která mimo jiné působí i v České republice. Navzdory své velikosti drží podnik jen asi 6 % světového trhu. ArcelorMittal ve 3. čtvrtletí 2012 vykázal ztrátu 709 mil. USD (asi 13,9 mld. Kč). Šéf podniku Lakšmí Mittal řekl, že sektor je podle něj až příliš roztráštěn, a jeho podnik se proto zaměří na konsolidaci. Chce ale počkat, až se objeví vhodná příležitost. V současné době k tomu podnik nevidí dost vůle a naopak se potýká s odmítavým postojem politiků i celých vlád. V tomto smyslu má Mittal teď potíže hlavně ve Francii.

SB



# materiálové inženýrství

## Vliv chemického složení tří typů vysokomanganové oceli na vybrané vlastnosti

### Influence of Chemical Composition of Three Types of High Manganese Steel on Selected Properties

prof. Ing. Eva Mazancová, CSc., prof. Ivo Schindler, CSc., Ing. Michal Cagala, RMTVC, VŠB-Technická univerzita Ostrava

*Práce se zabývá vlivem chemického složení tří typů vysokomanganových ocelí na mechanické vlastnosti. Hodnotí tavbu s nevyváženým obsahem C, Mn a Al a další dvě s obsahy nosných prvků na příznivějších úrovních. Zabývá se schopností Mn udržet C v tuhém roztoku po válcování, vlivem poměru  $(Al+Si)/(C+Mn)$  na mechanické vlastnosti a energii vrstevné chyby (SFE). U dvou diametrálně odlišných taveb srovnává tvrdosti po odlití, válcování za tepla a eventuálně následném stárnutí. Práce je doplněna mikrostrukturními snímky a vybranými metalografickými parametry.*

*The paper deals with the influence of chemical composition of three types of high manganese steel on mechanical properties. The steels were produced, rolled and two of them aged under laboratory conditions. Heat 1 showed unbalanced contents of bearing elements when 24 wt. % of Mn was not able to keep 1.2 wt. % of C in solid solution. During rolling process k-carbides precipitated on grain boundaries and after subsequent aging their slightly lower numbers were detected. After aging particles were coarser and insignificant number of intra-granularly formed carbides resulted in practically unchanging strength level (431 HV30) in comparison with rolling state (432 HV30). The given chemical composition led to the highest ratio of  $(Al+Si)/(C+Mn)$ , thus 0.489 and also to maximal stacking fault energy ( $SFE=129 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ ).*

*Heat 2 showed the lowest C (0.46 wt. %), Mn (28 wt. %) and Al (8 wt. %) contents, the lowest level of  $(Al+Si)/(C+Mn)$  parameter (0.309), of the SFE ( $108 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ ) and of hardness level after hot rolling (320 HV30) as well. Heat 3 with the most balanced contents of bearing elements demonstrated intermediate level of  $(Al+Si)/(C+Mn)$  parameter (0.378), of the SFE ( $119 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ ) and of hardness after rolling (382 HV30). Aging (at  $500 \text{ }^\circ\text{C}/30'$ ) after hot rolling led to intra-granularly precipitated carbide formation resulting in hardness increase by 66 HV30. Observed oxide inclusions, predominantly on the Al basis, were responsible for the lower reached plasticity. Micrographs and selected metallographic parameters complete the solution.*

### Analýza problému

Práce je zaměřena na vysokomanganové oceli s odstupňovaným obsahem uhlíku, manganu a zvýšeným obsahem hliníku, které jsou nositeli finálních vlastností. Daný typ ocelí vykazuje komplexní mikrostrukturu. Optimalizovaná chemická složení vedou po tvářecích operacích za tepla, eventuálně i navazujícím válcování za studena k základní austenitické matici s nižším objemovým podílem feritu bez přítomnosti karbidů. Následně po realizaci stárnutí se předpokládá precipitace ultra jemných k-karbidů typu  $(FeMn)_3AlC$ , které matici zpevňují při zachování příznivých plastických vlastností. Dané karbidy jsou uspořádány rovnoměrně v matici podél smykových pásů v rovině  $\{111\}$ . Toto demonstruje významný příspěvek homogenní smykové deformace, aby bylo dosaženo v matici co nejvíce příznivějšího prodloužení [1].

Ploušťka zmíněných pásů je spojována s energií vrstevné chyby (SFE), která se pohybuje podle chemického složení na úrovni 80 až  $140 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$  [2, 3]. Takto je zaručena vysoká stabilita matrice bez transformace na  $\epsilon$ -martensit s tvorbou homogenních smykových pásů doprovázených dislokačním skluzem za současného disperzního zpevnění [1, 4]. Tento proces je vyvolán rovnoměrným uspořádáním o vhodné mezičásticové vzdálenosti koherentních nano k-karbidů v základní austenitické matici [4, 5]. Vlivem vysoké pevnostní úrovně v kombinaci s příznivou plasticitou a nižší hustotou oceli, navíc díky vyšším obsahům Mn a zejména Al, jsou vysokomanganové oceli předurčeny pro aplikaci v automobilovém průmyslu, pro výrobu rotujících elementů a použití při kryogenních teplotách [1, 4-6]. Navíc přísada Al zlepšuje korozní odolnost a zároveň zvyšuje SFE. Vysokomanganové oceli ukazují sice dobrou kompatibilitu s běžnými zařízeními,

nicméně přítomné obsahy Mn, Al a také Si s vysokou afinitou ke kyslíku mohou vést k možným problémům se zhoršenou plasticitou.

Cílem práce je poukázat na vybrané mechanické vlastnosti a některé problémy spojené s laboratorní výrobou vysokomanganových ocelí.

## Experimentální materiál a technika hodnocení

Pro vlastní experimenty byly vyrobeny tři vysokomanganové oceli, jejichž chemické složení je shrnuto v tab. 1. Nejprve byly odlity ingoty o rozměru v průřezu 20x33 mm a o délce 120 mm ve vakuové indukční peci Leybold-Heraeus. Chemické analýzy byly provedeny pomocí optických emisních spektrometrů LECO GDS 750A s doutnavkou. Následně byl materiál válcován na vratné válcovací stolici TANDEM VŠB-TU Ostrava deseti průchody na tloušťku 5,5 mm. Vzorky byly ohřívány na teplotu 1100 °C s dohřevem mezi průchody bez ochranné atmosféry. Teplota vzorků byla průběžně monitorována. Detaily jsou popsány v práci [6, 7]. Po doválcování následovalo ochlazování na vzduchu. Finální tloušťka pásů byla 1,9 mm. Metalografické hodnocení po odlití i válcovacích procedurách bylo realizováno pomocí světelného mikroskopu Olympus X70 a elektronového mikroskopu ASPEX-PSEM eXplorer vybaveného analyzátozem EDAX. Byly zjišťovány mechanické vlastnosti (HV30-LECO 2000 a tahové zkoušky-INOVA TSM 50). Byla monitorována čistota, objemový podíl feritu a vypočtena SFE, jak bylo detailně popsáno v práci [2]. Materiál tavby 1 a 3 byl podroben po válcování stárnutí při 500 °C/30' a byla měřena jeho tvrdost HV30.

Tab. 1 Chemické složení experimentálního materiálu [hm %]  
Tab. 1 Chemical composition of experimental material [wt. %]

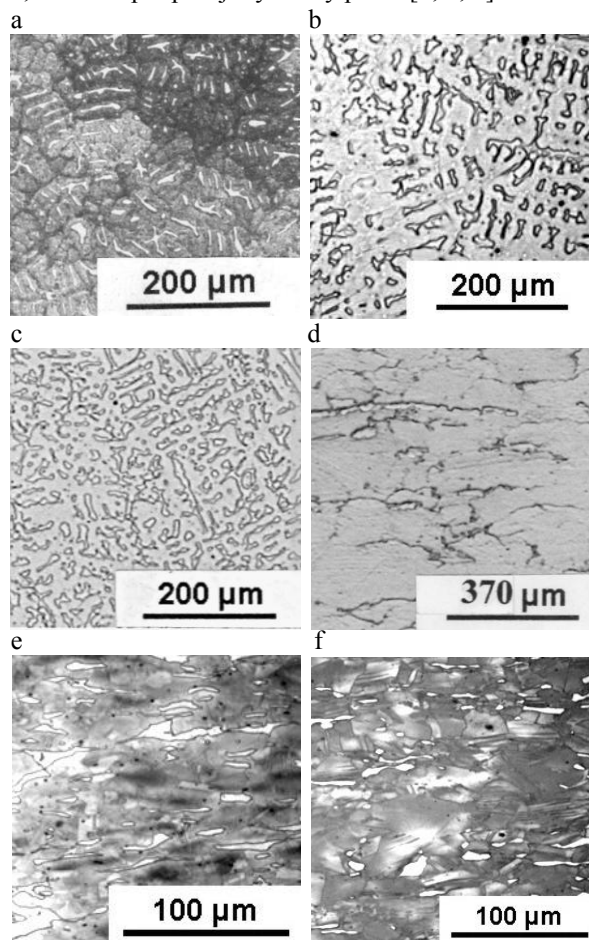
tavba	1	2	3
C	1,2	0,46	0,70
Mn	24,0	28,2	28,0
Al	12,0	8,7	10,8
Si	0,32	0,16	0,05
Fe	bal.	bal.	bal.

## Výsledky a jejich diskuse

Jak plyne z obr. 1a až 1c, mikrostruktura oceli 1 je po odlití odlišná od dalších dvou. Je velmi jemná a dobře jsou zde patrné úzké oblasti feritu, vzniklé díky vysokému obsahu Al (viz tab. 1). Jemná je i mikrostruktura tavby 3, která vykazuje i vysoký stupeň homogenity. Bohužel, v mikrostrukturách jsou přítomny také oxidy  $Al_2O_3$ , resp. nižší podíl oxisulfidických komplexů. Mikrostrukturu studovaných ocelí po tváření za tepla demonstrují snímky na obr. 1d až 1f.

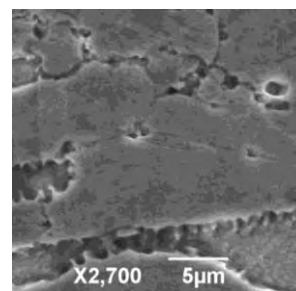
Po válcování za tepla je mikrostruktura tavby 1 opět nejjemnější a další dvě jsou zhruba srovnatelné. Prvá jmenovaná tavba vykazuje diskontinuální dekoraci feritu podél hranic zrn austenitu a byly v ní navíc detekovány na fázovém rozhraní austenit/austenit nebo

austenit/ferit k-karbidy  $(FeMn)_3AlC$  s velikostí okolo 1  $\mu m$ , jak je patrné z obr. 1d a detailu na obr. 2. Pozorované karbidy by neměly v procesu tváření vůbec vznikat a jejich nukleace, byť jen o nano velikosti, by se měla realizovat teprve po finálním stárnutí [1, 5]. V daném případě nebyly ale vybalancovány obsahy klíčových prvků [8, 5], tj. hlavně Mn a C, takže přítomný Mn nebyl schopen udržet při deformačním procesu tak vysoký obsah C v tuhém roztoku, jak to plyne se závěrů např. práce Frommeyerera nebo Schumanna [1, 8]. Ocel sice splňuje podmínku vysoké úrovně SFE (126  $mJ.m^{-2}$ ), ale to především díky obsahu Al, což také podporují výsledky práce [1, 2, 9].



Obr. 1 Mikrostruktury studovaných ocelí a) tavba 1, b) tavba 2, c) tavba 3 v litém stavu, d) tavba 1, e) tavba 2, f) tavba 3 po válcování za tepla (příčný řez)

Fig. 1 Microstructures of studied steels a) heat 1, b) heat 2, c) heat 3 in as-cast state, d) heat 1, e) heat 2, f) heat 3 after hot rolling (cross section)



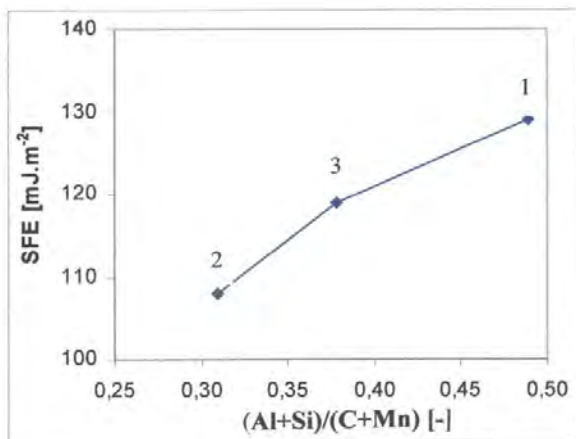
Obr. 2 Mikrostruktura tavby 1 po válcování za tepla – detail  
Fig. 2 Microstructure of heat 1 after hot rolling – detail

Obsah feritu v matici tavby 1 odpovídal 7,5 %, 20 % u tavby 2 a 10 % u tavby 3. Rozdíly souvisejí se stabilizací, resp. destabilizací austenitu, tedy s přítomností C, Mn a Al v oceli. U tavby 2 a 3 byl zjištěn nejvyšší obsah (C+Mn), zatímco u tavby 1 odpovídal 25,2 %, což je o 3,5 % nižší hodnota než u tavby 3, jak plyne z tab. 1, a zároveň byl u tavby 1 obsah (C+Al) nejvyšší. Je známo, že mezi C a Al dochází ke vzájemné kompetici, jak uvádí Chao et al. [9]. Je dosti pravděpodobné, že oba vlivy se mohly částečně eliminovat, neboť zjištěný obsah feritu byl poměrně nízký ve srovnání s dalšími tavbami. Navíc, přestože se nelišily základní podmínky procesu tváření u jednotlivých taveb, s vyšší hodnotou SFE matrice stoupaly hodnoty válcovacích sil, jak bylo zjištěno dříve v rámci práce [6].

Tab. 2 Mechanické vlastnosti po válcování za tepla  
Tab. 2 Mechanical properties after hot rolling

tavba	$R_{p0.2}$	$R_m$	$A_5$
	[MPa]		[%]
1	879	1148	26
2	740	930	22
3	553	1117	25

Mechanické vlastnosti po válcování za tepla jsou shrnuty v tab. 2 a závislost vypočítané SFE na parametru (Al+Si)/(C+Mn) je prezentována na obr. 3. Nejvyšší úroveň SFE u tavby 1 je způsobena právě nejvyšším obsahem Al, který je schopen daný parametr nejintenzivněji ovlivnit [2, 10].

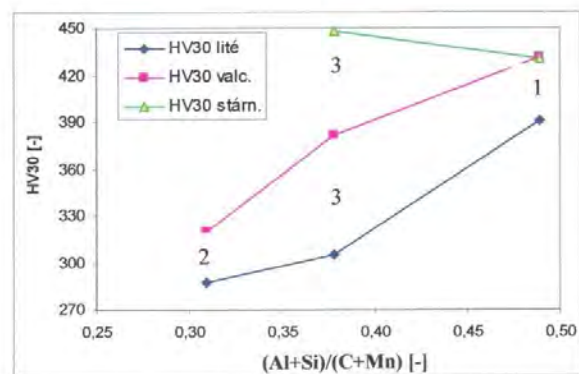


Obr. 3 Závislost SFE na (Al+Si)/(C+Mn) pro tavbu 1, 2 a 3  
Fig. 3 SFE dependence on (Al+Si)/(C+Mn) for heat 1, 2 and 3

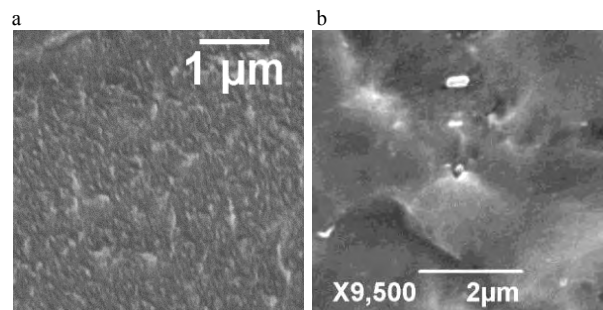
Se zvyšující se hodnotou poměru (Al+Si)/(C+Mn) roste také pevnost. Je zajímavé, že obsah C zcela neodpovídal zjištěné úrovni parametru  $R_{p0.2}$ . V tavbě 1 byl jeho obsah nejvyšší a také hodnota  $R_{p0.2}$  maximální, ale u tavby 3, která vykazovala o 0,24 % vyšší obsah C než 2, byla hodnota  $R_{p0.2}$  nejnižší. Pevnostní úroveň ale byla již vyšší. Je ale faktem, že mikrostruktura tavby 1 byla vysoce jemnozrnná a to mohlo také přispět k vysoké úrovni  $R_{p0.2}$ . Rovněž vzniklé částice k-karbidů v procesu tváření mohly interagovat s dislokacemi, a tak

navýšit hodnotu  $R_{p0.2}$ . Pokud jde o možný efekt dusíku, tento byl ve všech tavbách na stejné úrovni, a to okolo 38-39 ppm. Obsah kyslíku se pohyboval v rozmezí 3 až 7 ppm a oxidické, resp. oxisulfidické inkluze, které byly převážně detekovány v centrální oblasti vzorků, je možno pokládat za důvod obecně nižší plasticity taveb, než by se mohlo očekávat u daných typů ocelí [1]. Jejich podíl byl ve všech tavbách prakticky na srovnatelné úrovni.

Po provedeném válcování byl vzorek z tavby 1 a 3 podroben stárnutí 500 °C/30'. U vzorku 3 došlo tím ke zvýšení tvrdosti o 66 HV30, jak demonstruje obr. 4. V matici byly detekovány hustěji vyloučené částice k-karbidů, a to jak intergranulárně, tak i intragranulárně, do jisté míry rovnoměrně orientované, jak je také možno vidět na obr. 5a, zatímco v případě tavby 1 došlo zřejmě pouze k nárůstu stávajících k-karbidů, na úkor jemnějších. Důvodem je to, že úroveň tvrdosti se prakticky nezměnila a pohybovala se okolo 431 HV30. Lze tedy předpokládat, že po tváření za tepla došlo zřejmě k maximálnímu intergranulárnímu vyloučení k-karbidů a po tepelném zpracování vznikla jen nepatrná část nových precipitátů. Zároveň docházelo k hrubnutí stávajících částic a obecně k částečnému snížení jejich počtu, jak demonstruje obr. 5b. Obdobné závěry byly také prezentovány v práci [11].



Obr. 4 Závislost HV30 na parametru (Al+Si)/(C+Mn) pro tavbu 1, 2 a 3  
Fig. 4 HV30 dependence on (Al+Si)/(C+Mn) parameter for heat 1, 2 and 3



Obr. 5 Mikrostruktura po válcování za tepla a stárnutí a) tavba 3, b) tavba 1  
Fig. 5 Microstructure after hot rolling and aging a) heat 3, b) heat 1

## Závěr

Práce se zabývá vlivem chemického složení tří typů vysokomanganových ocelí na mechanické vlastnosti. Oceli byly vyrobeny, vyválcovány, resp. podrobeny procesu stárnutí v laboratorních podmínkách.

Tavba 1 vykazovala nevyvážené obsahy nosných prvků, kdy 24 % Mn nebylo schopno udržet 1,2 % C v tuhém roztoku a v procesu tváření vyprecipitovaly v základní matici k-karbidy na hranicích zrn. Po následném stárnutí byl detekován jejich nepárně nižší počet, částice byly hrubší a ojediněle se vyskytly intragranulárně vyloučené karbidy, což vedlo prakticky k nezměněné úrovni tvrdosti (431 HV30) po realizaci stárnutí ve srovnání se stavem po válcování za tepla (432 HV30). Chemické složení vedlo také k nejvyšší úrovni poměru (Al+Si)/(C+Mn), tj. 0,489, a také k maximální zjištěné hladině energie vrstevné chyby ( $SFE=129 \text{ mJ.m}^{-2}$ ).

Tavba 2 s nejnižším obsahem C (0,46 %), 28 % Mn a 8 % Al vykazovala nejnižší hodnotu parametru (Al+Si)/(C+Mn), tj. 0,309, i SFE ( $108 \text{ mJ.m}^{-2}$ ) a pevnostní úroveň po tváření za tepla dosahovala rovněž nejnižší hodnoty (320 HV30).

Tavba 3 s nejvíce vyváženými obsahy nosných prvků vykazovala při intermediální úrovni parametru (Al+Si)/(C+Mn), tj. 0,378 a SFE ( $119 \text{ mJ.m}^{-2}$ ) také střední hladinu tvrdosti (382 HV30). Stárnutí ( $500 \text{ }^\circ\text{C}/30'$ ) po válcování za tepla vedlo jak k vývinu intergranulární precipitace k-karbidů, tak i tvorbě zejména intragranulárně vyloučených částic  $(\text{FeMn})_3\text{AlC}$ , které přispěly k navýšení pevnostních vlastností o 66 HV30.

Příčinou nižší úrovně plastických vlastností byla přítomnost oxidických vměstků, hlavně na bázi Al.

## Poděkování

Práce byla vytvořena v rámci projektu č. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 "Regionální materiálové a výzkumné centrum – výzkumná aktivita Nové zdroje pevnosti a houževnatosti materiálů pro náročné technologické aplikace" v rámci operačního programu "Výzkum a rozvoj pro inovace" financované ze strukturálních fondů a ze státního rozpočtu České republiky.

## Literatura

- [1] FROMAYER, G., BRŮX, U., NEUMAN, P. *ISIJ Int.*, 43, 2003, 3, pp. 438-444
- [2] MAZANCOVÁ, E., MAZANEC, K. *Metallic Mater.*, 47, 2009, No 6, pp. 1-6
- [3] ADLER, P.H., OLSON, G.B., OWEN, W.S. *Met. Trans.*, 17A, 1986, pp. 1725-1732
- [4] SATO, K., SCHINOSE, M., HIROTSU, Y., INOUE, Y. *Trans. ISIJ Japan*, 29, 1989, pp. 868-874
- [5] MAZANCOVÁ, E. New Material Types for Automotive Industry - Physical Engineering Properties of High Strength Materials Alloyed by Manganese and of Alloys of Metals Hydrides for Hydrogen Storage (in Czech). *Monograph*, VŠB-TU Ostrava, 2007
- [6] SCHINDLER, I., MAZANCOVÁ, E., HADASIK, E., KUC, D., NIEWIELSKI, G., KAWULOK, P., RUSZ, S., LEGERSKI, M. Structural and Mechanical Properties of Laboratory Rolled Steels High-Alloyed With Mn and Al. In Proc. of the 8th Conf. *Steel Strip 2011*, Ed. Steel Strip Soc., Stará Lesná, 2011, pp. 195-202
- [7] KUC, D., HADASIK, E., NIEWIELSKI, G., SCHINDLER, I., MAZANCOVÁ, E., RUSH, S., KAWULOK, P. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 12, 2012, pp. 312-317
- [8] SCHUMANN, V.H. *Neue Hütte*, 17, 1972, 10, pp. 627-634
- [9] CHAO, W.K., HAN, K.H., *Metal. Trans.*, 16A, 1985, pp. 5-10
- [10] PETROV, I.N. *Scripta Mater.*, 53, 2005, pp. 1201-1206
- [11] MAZANCOVÁ, E., RUŽIAK, I., SCHINDLER, I. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 12, 2012, pp. 142-147

## Výstavba profilové tratě v Mexiku

Geradau to build section rolling mill. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 8

Firma Geradau staví nový závod v Mexiku ve spolupráci s firmou Geradau Corsa. Jde o válcovnu dlouhých výrobků o vysoké výrobnosti. Huť by měl ročně vyrábět 1 mil. t oceli a 700 000 t vývalků. Díky této výrobě bude možné omezit dovoz. Závod by měl začít pracovat v polovině r. 2014.

LJ

## Únavové vlastnosti oceli používané pro nízkotlaké části svařovaných rotorů

### Fatigue Properties of Steel Used for Low Pressure Parts of Welded Rotors

Ing. Ladislav Kander, Ph.D., Ing. Petr Čížek, Petr Foltýnek, RMTVC, MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM, s.r.o., Ostrava, Ing. Petr Pustějovský, Ph.D., VÍTKOVICE HEAVY MACHINERY, a.s., Ostrava

*Tento článek se zabývá hodnocením únavových vlastností materiálu používaného pro výrobu nízkotlakých částí svařovaných rotorů – nízkolegované bainitické oceli 27NiCrMoV15-6. Tato ocel se používá pro výrobu nízkotlakých částí svařovaných rotorů parních turbín. V článku je provedeno porovnání chemického složení ocelí obou producentů, dále je provedeno porovnání základních mechanických vlastností stanovených zkouškou tahem a zkouškou rázem v ohybu za pokojové teploty. Je doložena typická mikrostruktura této oceli po jakostním tepelném zpracování. Zvláštní pozornost byla věnována studiu únavových charakteristik – vysokocyklová únava byla hodnocena zkouškami ohybem za rotace, které byly prováděny na nových zařízeních pořizovaných v rámci řešení projektů RMTVC. Dosažené výsledky ukazují na velmi rozdílné únavové vlastnosti při přibližně shodných pevnostních vlastnostech. Získané výsledky svědčí o velmi dobře zvládnuté technologii výroby oceli a celého postupu následného tváření a tepelného zpracování domácím producentem.*

*It is a well known fact, that rotors are one of the most exposed parts of the steam turbine. During the operation time the rotor is exposed both to load and high temperature. Demands to mechanical properties, structural and chemical homogeneity, wear resistance and complicated shape are limited by used structural material of these components. Rotor blades are exposed to high centrifugal forces in combination with high temperatures. As the rotor is during operation exposed also to fatigue load, knowledge of fatigue behaviour is one of most important properties that should be known before final selection of material for such highly stressed components. This paper deals with result of investigation on mechanical and fatigue properties of forged steam rotors made of 27NiCrMoV15-6 grade steel. Fatigue behaviour described by the well known Wöhler curve of two forged rotors produced by foreign and domestic producers has been evaluated. Effect of different method of sampling has been studied. The obtained results also show different fatigue behaviour, Wöhler curve of the front part of rotor is also slightly shifted to higher number of cycles. This anisotropy can be connected with the forging as the rear part is the next handling pin for forging. High cycle fatigue properties of two low pressure rotors from two producers have been evaluated using rotating bending tests on new testing machines UBM 200Nm supported by Regional Materials Science and Technology Centre. The front as well as the rear part of each rotor was tested. Chemical composition, as well as mechanical properties of both rotors under investigation are very close, no significant differences have been identified. No significant differences in chemical composition and mechanical properties were identified. From the metallurgical point of view both steels are clean and have low content of sulphur and phosphorus. On the other hand significant differences in fatigue behaviour was identified. Fatigue limit of the rotor B is approx. 20 % higher in comparison with the rotor A and it reached 470 MPa in comparison with 410 MPa for the rotor A. The obtained results clearly show that high level of metallurgy and well proven technology of domestic producer is comparable to the foreign one.*

Rotor je jednou z nejvíce namáhaných částí parní turbíny. Při provozu je vystaven velkému silovému a tepelnému zatížení, které spolu s tvarovou složitostí kladou vysoké nároky na mechanické vlastnosti a strukturní a chemickou homogenitu použitého materiálu. Na lopatky rotoru působí velké odstředivé síly v kombinaci s vysokou teplotou. Tato teplota může být i vyšší než 600 °C (v místě vstupu páry do turbíny). Oceli vhodné pro tyto podmínky se tedy musí vyznačovat vysokou mezí kluzu za normálních i zvýšených teplot a také odolností proti creepu. Navíc při velkých rozměrech rotorů a zejména při najíždění a odstavování turbín se vytváří velký teplotní rozdíl mezi povrchem a středem. Tento rozdíl může být i stovky stupňů Celsia. Vzniká tak tepelné pnutí, které společně s působením odstředivých sil vytváří napětí, jež může způsobit až deformace rotoru.

Velmi důležitým kritériem při volbě vhodného materiálu pro takto namáhanou součást, jakou rotory představují, jsou rovněž únavové vlastnosti. Rotor jako dynamicky namáhaná součást je v důsledku provozu namáhán střídavým cyklickým zatěžováním. Z tohoto důvodu je znalost únavového chování zejména z pohledu konstrukční a požadované životnosti velmi důležitá.

V tomto příspěvku jsou shrnuty výsledky zkoušek mechanických vlastností a únavových zkoušek materiálu 27NiCrMoV15-6 pocházejícího od dvou významných dodavatelů – jednoho zahraničního a jednoho tuzemského. Cílem této experimentální práce bylo provést srovnání zejména z pohledu únavových charakteristik. Tyto únavové charakteristiky jednotlivých částí základního materiálu limitují

v případě výroby svařovaných rotorů únavové vlastnosti konečného výrobku.

## Materiál, experimentální technika

Experimentální práce byly realizovány na dvou rotorech vyrobených zahraničním (dále označen **A**) a tuzemským výrobcem (dále označen **B**) z nízkoalokované bainitické oceli 27NiCrMoV15-6 s cílem srovnat pokud možno maximum charakteristik. Bylo porovnáno jak chemické složení, tak také úroveň základních mechanických vlastností. Hlavním cílem bylo porovnání únavových charakteristik obou vyrobených rotorů.

Chemické složení obou studovaných materiálů je uvedeno v tabulce 1.

Tab. 1 Chemické složení studované oceli v hm. %  
Tab. 1 Chemical composition of tested steel in wt. %

Ozn.	C	Mn	Si	S	P
A	0,30	0,19	<0,010	0,0014	<0,005
B	0,31	0,28	<0,010	0,0017	<0,005
	Cu	Ni	Cr	Mo	V
A	0,10	3,69	1,60	0,43	0,10
B	0,082	3,83	1,70	0,44	0,12
	Ti	Nb	As	Sb	Sn
A	<0,005	<0,003	0,006	0,002	0,007
B	<0,005	<0,003	0,004	0,002	0,005

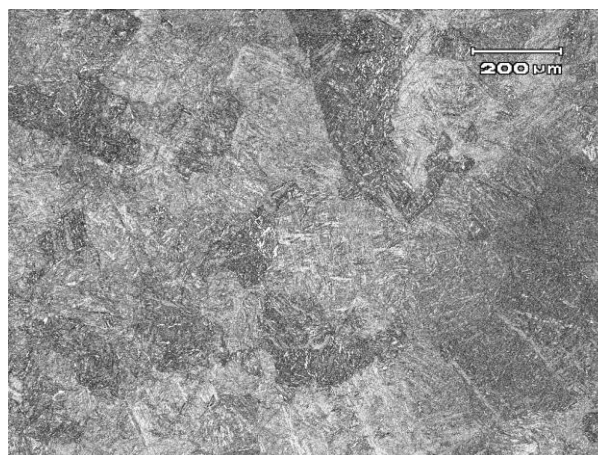
Ze studovaných rotorů byla odebrána standardní zkušební tělesa pro zkoušky základních mechanických vlastností – pro zkoušku tahem a zkoušku rázem v ohybu při laboratorní teplotě. Zkušební tělesa byla odebrána v tangenciálním směru. Pro zkoušku tahem bylo odebráno těleso o kruhovém průřezu s průměrem měřené části 10 mm, pro zkoušky rázem v ohybu standardní zkušební tělesa Charpy s V vrubem o rozměrech 10x10x55 mm. Výsledky provedených zkoušek jsou sumarizovány v tabulce 2.

Tab. 2 Mechanické vlastnosti při laboratorní teplotě  
Tab. 2 Mechanical properties at room temperature

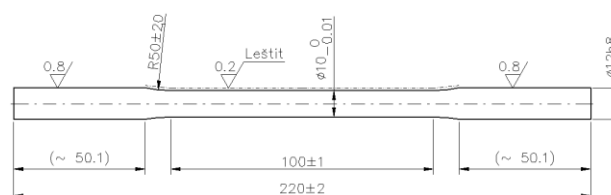
Ozn.	R <sub>p0,2</sub> [MPa]	R <sub>m</sub> [MPa]	A [%]	Z [%]	KV [J]
A	917	1012	19,2	69,1	165
B	922	1027	18,0	66,3	142

Typická mikrostruktura studované oceli je prezentována na obrázku 1. Mikrostruktura byla tvořena popuštěnou základnou martenzitickou složkou.

Únavové vlastnosti byly stanoveny vždy z obou konců každého rotoru. Pro hodnocení únavového chování byla vyrobena tělesa o průměru zkoušené části 8 mm (viz obrázek 2), která byla zatěžována ohybem za rotace na zkušebních strojích UBM 200 Nm (viz obrázek 3) v souladu s předpisem [1].



Obr. 1 Typická mikrostruktura po tepelném zpracování  
Fig. 1 Typical microstructure after final heat treatment



Obr. 2 Zkušební těleso pro zkoušku únavy  
Fig. 2 Specimen for fatigue tests

Asymetrie cyklu při zkouškách ohybem za rotace je rovna  $R = -1$ , zkoušení probíhalo frekvencí  $f = 50$  Hz. Vyhodnocení samotné meze únavy bylo provedeno na základě konzervativního přístupu, tj. tak, že za mez únavy byla prohlášena taková amplituda napětí, při níž se neporušily dvě zkušební tyče po 10 milionů cyklů [2,3]. Z každého rotoru bylo vyrobeno celkem cca 25 ks zkušebních tyčí, které byly ve finální operaci třískového obrábění leštěny v podélném (osovém) směru tak, aby výsledná drsnost povrchu splňovala požadavky standardu [3]  $R_a < 0,2 \mu\text{m}$ .



Obr. 3 Zkušební zařízení  
Fig. 3 Testing machine

## Výsledky, diskuze

Z dosažených výsledků experimentálních analýz je zřejmé, že jak chemické složení, tak úroveň základních mechanických vlastností jsou u obou studovaných rotorů téměř shodné. Z tabulky 1 je velmi dobře patrné,

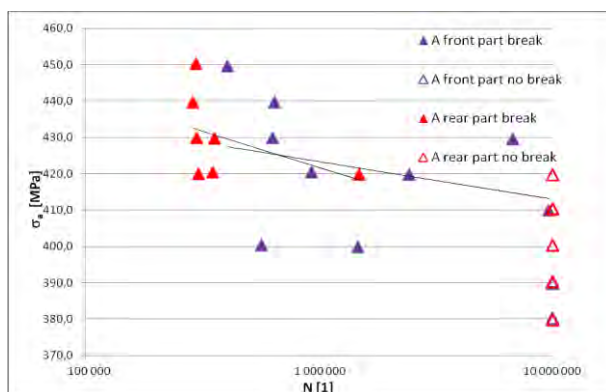
že oba výrobci používají při výrobě oceli sofistikované metalurgické techniky, které dokáží udržet hodnotu síry i fosforu na velmi nízkých hodnotách. Rovněž obsahy stopových prvků (As, Sb, Sn) jsou u obou výrobců taktéž na velmi nízké úrovni. Z pohledu obsahu hlavních legovacích bází jsou taktéž obě oceli prakticky totožné, jedinou výjimkou je mírně vyšší obsah Cr a Ni u domácího producenta.

Z pohledu úrovně základních mechanických vlastností jsou rovněž oba výrobci srovnatelní. Jejich oceli se co do úrovně mechanických vlastností stanovovaných zkouškou tahem a zkouškou rázem v ohybu prakticky neliší. Mírně vyšší úrovně pevnostních vlastností u výrobce B v kombinaci s lehce nižšími hodnotami nárazové práce mohou být důsledkem mírně zvýšeného obsahu Cr. V každém případě jsou však obě studované oceli co do požadavků na hodnoty mechanických vlastností finálního výrobku vyhovující.

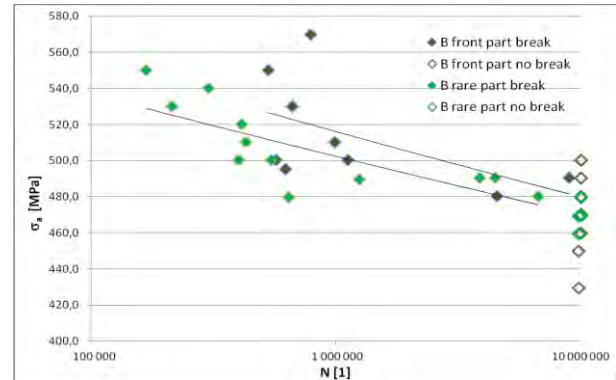
Výsledky zkoušek únavy jsou prezentovány ve formě velmi dobře známých Wöhlerových křivek, tj. závislostmi aplikované amplitudy napětí na počtu cyklů do porušení. V průběhu experimentální práce byl rovněž sledován vliv rozdílné lokality pro odběr únavové zkušební tyče na výsledné únavové vlastnosti. Výsledky zkoušek únavy jsou graficky prezentovány na obrázcích 4 a 5.

Na obrázku 4 je velmi dobře patrný rozdíl v únavových vlastnostech jednotlivých konců rotoru výrobce A. Výsledky vykazují poměrně velký rozptyl a zadní strana rotoru poněkud nižší únavovou životnost v oblasti časované únavové pevnosti.

Výsledné meze únavy pro jednotlivé části rotoru vyhodnocené podle [2,3] pak mají hodnotu  $\sigma_c = 390$  MPa pro přední stranu rotoru a  $\sigma_c = 410$  MPa pro zadní stranu. Ačkoliv v oblasti časové pevnosti zadní strana rotoru vykazuje významně nižší únavovou životnost, přesto se dvě zkušební tyče neporušily při amplitudě 410 MPa, tedy mez únavy byla stanovena o něco výše než pro přední stranu rotoru. Pro důkladnější prozkoušení a statistické podchycení a vysvětlení všech experimentálních dat by však bylo zapotřebí významně vyššího počtu zkoušek a rozsáhlejšího experimentálního programu.



Obr. 4 Únavové chování oceli 27NiCrMoV15-6 – výrobce A  
Fig. 4 Fatigue behaviour of 27NiCrMoV15-6 grade steel – producer A

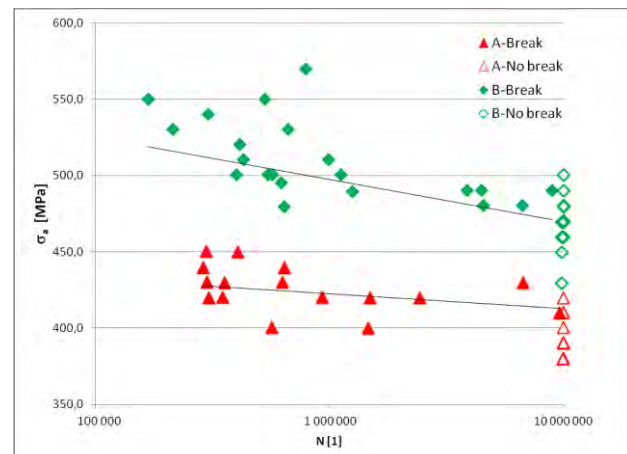


Obr. 5 Únavové chování oceli 27NiCrMoV15-6 – výrobce B  
Fig. 5 Fatigue behaviour of 27NiCrMoV15-6 grade steel – producer B

Obrázek 5 pak ukazuje výsledky zkoušek únavy výrobce B. I zde se projevuje vliv lokality odběru zkušebních těles. Tato anizotropie bude mít svůj původ s největší pravděpodobností v přítomnosti manipulačního čepu na zadní straně rotoru, který bude fungovat jako tepelná bariera. V důsledku toho jsou pak mechanické vlastnosti zadní strany rotoru nižší, což vede ke snížení únavových vlastností, které je patrné zejména v oblasti časované únavové pevnosti, tj. v oblasti šikmé větve Wöhlerovy křivky.

Nicméně obě zkoušené strany rotoru domácího producenta vykázaly mez únavy  $\sigma_c = 470$  MPa, což je hodnota významně vyšší než hodnoty stanovené u rotoru výrobce A.

Srovnání obou výrobců z pohledu únavového chování je provedeno na obrázku 6. Zde jsou vyneseny všechny experimentálně získané body z každého rotoru bez uvažování a rozlišení lokality odběru.



Obr. 6 Únavové chování oceli 27NiCrMoV15-6 – porovnání dvou výrobců  
Fig. 6 Fatigue behaviour of 27NiCrMoV15-6 - comparison of two producers

Z uvedeného obrázku je velmi dobře patrný významný rozdíl v únavových vlastnostech i přes přibližně shodné hodnoty pevnostních vlastností (mez kluzu a mez pevnosti).

Je zřejmé, že rotor výrobce B vykazuje významně vyšší únavové charakteristiky, a to jak v samotné mezi únavy, která je vyšší ve srovnání s rotorem výrobce A o cca 20

% (470 MPa oproti 400 MPa), tak také v oblasti šikmé větve Wöhlerovy křivky, kde se rozdíly s rostoucí amplitudou zatěžování ještě dále zvyšují.

Je zřejmé, že dosažené výsledky svědčí o velmi dobře zvládnuté technologii výroby oceli, tváření a následného tepelného zpracování u výrobce B.

Na základě výše uvedených experimentálních prací a následných mikrostrukturních analýz přesahujících rámec tohoto článku je možné konstatovat, že hlavní příčinu vyšších únavových vlastností je možné spatřovat v precizně provedeném technologickém postupu kování a následného tepelného zpracování. Tento postup vedl k získání jemnozrné a homogenní struktury.

## Závěr

Byly provedeny experimentální práce vedoucí k porovnání únavových vlastností rotorů vyrobených dvěma významnými producenty. K dosažení prezentovaných výsledků významně přispěly investice pořízené v rámci níže uvedeného projektu. Z provedeného porovnání je patrné, že kvalitní rotorovou ocel umí vyrobit i tuzemští producenti.

Hlavní příčinu vyšších únavových vlastností je možné spatřovat v precizně provedeném technologickém postupu kování a následného tepelného zpracování. Tento postup vedl k získání jemnozrné homogenní struktury.

## Poděkování

*Tato práce vznikla při řešení projektu č. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum“, v rámci Operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace, financovaného ze strukturálních fondů EU a ze státního rozpočtu ČR..*

## Literature

- [1] ČSN ISO 1143 Kovové materiály – Zkoušení únavy ohybem za rotace (Metallic materials – Rotating bar bending fatigue testing).
- [2] BARSON, J.M.. Fracture and Fatigue Control in Structures. Third Edition. ASTM MNL41. 1999.
- [3] ASTM STP 1406, FATIGUE AND FRACTURE MECHANICS

---

## Trvalá památka na Olympijské hry v Londýně

<http://www.steel.org/Misc%20Content/ArcelorMittal%20Orbit%20Gives%20a%20Lasting%20Legacy%20o%20London%20Olympics.aspx>

Na východním konci olympijského parku se nachází obří plastika ArcelorMittal Orbit, která je trvalou památkou na Olympijské hry v Londýně v r. 2012. Je to věž zářivě červené barvy, kterou navrhl výtvarník Anish Kapoor a stavební inženýr a architekt Cecil Balmond. Plastika je 114,5 m vysoká, je tedy o 22 m vyšší než socha Svobody v New Yorku. Náklady na postavení činily 23 mil. £, z toho zaplatila 19 mil. £ firma ArcelorMittal a 4 mil. £ zaplatila London Development Agency. Na plastiku se spotřebovalo 2 000 t oceli, ze 63 % šlo o recyklovanou ocel. Při montáži bylo použito 35 000 šroubů.





## Povrchové a objemové magnetické vlastnosti FeSiNbCuB pásků typu FINEMET

### Surface and Bulk Magnetic Properties of FINEMET-type FeSiNbCuB Ribbons

Ing. Ondřej Životský, Ph. D., RNDr. Ing. Aleš Hendrych, Ph.D., Ing. Ladislav Klimša, RMTVC, VŠB - Technická univerzita Ostrava, Ing. Yvonna Jirásková, Ph. D., CEITEC UFM, Ústav fyziky materiálů, Akademie věd České republiky

*Príspevek prezentuje výsledky výzkumu povrchových a objemových magnetických vlastností  $Fe_{73.5}Si_{13.5}Nb_3Cu_1B_9$  pásků připravených nástřikem taveniny na rotující měděný válec. Pásky v původním stavu (AQ) byly následně žhánány v rozsahu teplot od 733 K do 923 K ve vodíku a vakuu za účelem studia vlivu teploty a atmosféry na mikrostrukturu a magnetické vlastnosti. Dvofázové magnetooptické hysterézní smyčky naměřené na AQ vzorcích naznačují amorfni strukturu tvořenou shluky atomů (klastry) o velikostech v řádu jednotek nanometrů s mírně odlišným magnetickým chováním. Následné tepelné zpracování vede k tvorbě nanokrystalů  $\alpha$ -Fe(Si) v povrchu vzorků a jejich postupnému pronikání do objemu po žhánání při vyšších teplotách, což bylo potvrzeno rentgenovou diffrakcí (XRD) a rentgenovou diffrakcí na klouzavém úhlu dopadu (GIXRD) a podpořeno měřeními na vibračním magnetometru VSM. Atmosféra žhánání ovlivňuje zejména vlastnosti povrchu. Po žhánání při 733 K a 743 K jsou pozorovány zajímavé asymetrické reverzace longitudinální komponenty magnetizace, které jsou diskutovány z hlediska kvadratických magnetooptických Kerrových jevů (QMOKE). Souvislost mikrostruktury s QMOKE je dokumentována poklesem asymetrie smyček s rostoucí teplotou žhánání až po její zánik při teplotě 923 K.*

*The paper is devoted to the surface and bulk studies of the FINEMET-type  $Fe_{73.5}Si_{13.5}Nb_3Cu_1B_9$  ribbons prepared by planar flow casting (PFC) method. Samples in the as-quenched (AQ) state were subsequently annealed at temperatures  $T_a$ , ranging from 733 K to 923 K, in vacuum and hydrogen in order to study an influence of treatment parameters on the microstructure and magnetic properties. Methods of X-ray diffraction (XRD) confirmed an amorphous state of the AQ samples. Two-phase magneto-optical (MO) hysteresis loops observed at AQ ribbons indicate that amorphous structure is composed of different magnetically ordered clusters of the size in units of nm (calculated from XRD). The temperature treatment evokes a formation of  $\alpha$ -Fe(Si) nanocrystals initially at the ribbon surface and then in the ribbon volume if  $T_a$  has increased as documented by XRD and grazing incidence X-ray diffraction (GIXRD). The sizes of nanocrystals range from 4-5 nm at temperature of 733 K to 10-13 nm at 823 K. Annealing at 923 K leads to a strong deterioration of magnetic softness due to a creation of boride phases and pronounced increase of nanocrystal sizes (up to 50 nm). The annealing atmospheres strongly influence above all the surface properties. While hydrogen seems to inhibit the surface oxidation, vacuum of  $10^{-5}$  Pa contains enough oxygen and  $B_2O$  and/or  $FeBO_3$  oxides are formed. An interesting occurrence of the asymmetric reversal of a longitudinal magnetization component, clearly observed after annealing at 733 K and 743 K, is discussed from the viewpoint of quadratic magneto-optical Kerr effects (QMOKE). Each measured MO hysteresis loop can be divided into a symmetric part containing odd linear effects and an antisymmetric part with even quadratic effects. Because no out-of-plane magnetization component is present, a signal corresponding to quadratic effects is proportional to the mixed terms of  $M_L M_T$  and  $M_L^2 - M_T^2$ , where  $M_L$  and  $M_T$  are the longitudinal and transversal in-plane magnetization components parallel and perpendicular to the plane of incidence, respectively. Relation between the microstructure and the QMOKE indicates that the loop asymmetry decreases with increasing  $T_a$  and disappears at 923 K. Surface magnetic properties are completed by the bulk magnetization curve measurements showing excellent magnetic softness up to 823 K.*

Amorfni a nanokrystalické slitiny připravené ve formě pásků jsou zkoumány zejména díky svým magneticky měkkým vlastnostem [1]. Obecně je známo, že pokles koercitivního pole měřeného objemovými metodami a nárůst magnetického momentu v nasycení jsou úzce svázány s teplotním zpracováním těchto slitin. Pásky v původním stavu (as-quenched, AQ) vykazují obvykle amorfni strukturu s jistým uspořádáním atomů na krátkou vzdálenost do velmi malých seskupení, tzv. klastrů [2]. Tvorba klastrů (případně nanokrystalů) v povrchové oblasti je označována anglickým pojmem „nanoscale phase separation“ [3, 4]. Analýza těchto

rozměrově malých (obvykle jednotky nanometrů) struktur se provádí pomocí moderních experimentálních metod nebo teoretických modelů vykazujících vysokou citlivost až na atomární úroveň. Následné tepelné zpracování má za následek přeskupování atomů v klastrech a tvorbu nanokrystalů. Ty vznikají nejprve v povrchové oblasti a při vyšších teplotách žhánání pronikají hlouběji do objemu pásky. Tento proces je navíc ovlivněn atmosférou, v níž se žhánání provádí. Parametry teplotního zpracování a chemické složení slitin jsou určující pro dosažení optimálních mikrostrukturních a magnetických vlastností, jako jsou

např. velikost a chemické složení zrn, jejich četnost a rozložení v původní amorfni matrici nebo penetrační hloubka vniku nanokrystalů do povrchu pásků [5,6].

V současné době je zvýšený zájem o povrchové mikrostrukturní a fyzikální vlastnosti těchto materiálů spojen především s rozvojem senzorů pracujících ve vysokofrekvenčních oblastech v řádech GHz [7]. Tvorba a chování jak amorfních klastrů, tak nanokrystalů, jsou klíčové pro správnou funkčnost finálních systémů. Proto jsou tyto materiály zkoumány různými povrchově citlivými metodami [8,9]. Jejich kombinace přispívá k detailnímu popisu mikrostruktury a její souvislosti s fyzikálními vlastnostmi, což může zpětně ovlivnit parametry technologie jejich přípravy a dosažení požadovaných objemových vlastností v aplikační sféře.

Tato práce je věnována povrchovým a objemovým vlastnostem  $\text{Fe}_{73,5}\text{Si}_{13,5}\text{Nb}_3\text{Cu}_1\text{B}_9$  pásků typu FINEMET, které byly studovány v původním stavu a po žíhání na teplotách 733 K, 743 K, 823 K a 923 K ve vakuu a vodíku. Detekce jak klastrů v původním amorfni materiálu, tak nanokrystalů v povrchových vrstvách pásků metodami rentgenové difrakce (XRD) a rentgenové difrakce při klouzavém úhlu dopadu (GIXRD) je doplněna měřením povrchových a následně i objemových magnetických charakteristik. Zajímavé chování magnetizace, demonstrované naměřenými asymetrickými hysterézními smyčkami na povrchu pásků, je připisováno existenci tzv. kvadratického magnetooptického Kerrova jevu (QMOKE) [10], který nebyl dosud na těchto materiálech pozorován. Postupný zánik QMOKE s rostoucí teplotou žíhání ukazuje na silnou korelaci s mikrostrukturou povrchu [11,12].

## Příprava pásků a popis experimentálních metod

20  $\mu\text{m}$  tlusté a 6 mm široké  $\text{Fe}_{73,5}\text{Si}_{13,5}\text{Nb}_3\text{Cu}_1\text{B}_9$  pásky byly připraveny nástřikem taveniny na rotující měděný válec (planar flow casting, PFC). Z pásků byly připraveny vzorky pro měření v původním stavu a vzorky, které byly následně žíhány 1h při teplotách 733 K, 743 K, 823 K a 923 K ve vakuu ( $10^{-5}$  Pa) a vodíku. Všechna měření s níže uvedenými experimentálními metodami byla uskutečněna při pokojové teplotě na lesklé (shiny) straně pásku, tj. na straně, která je při výrobě pásku ve styku se vzduchem. Povrchové magnetické vlastnosti byly zkoumány metodami založenými na magnetooptickém Kerrově jevu (MOKE). Hysterézní smyčky získané z povrchové oblasti několika desítek nanometrů popisují reverzaci longitudinální komponenty magnetizace  $M_L$  ležící v rovině dopadu světla a vzorku. Měřili jsme magneto-optický úhel Kerrovy rotace  $\theta_K$  jako funkci externího magnetického pole, které bylo rovnoběžné s  $M_L$  a původní osou pásku. Polární komponenta magnetizace kolmá na rovinu vzorku byla nulová. Jako zdroj světla byla využita červená laserová dioda o vlnové délce 670 nm, jejíž s-polarizované světlo dopadalo na vzorek pod úhlem 50°. Měření povrchových hysterézních

smyček bylo doplněno pozorováním magnetických domén pomocí magnetooptické Kerrovy mikroskopie. Objemové hysterézní křivky byly měřeny pomocí vibračního magnetometru VSM EV9 firmy Microsense. Vzorek vibrující na frekvenci 50 Hz byl vložen do magnetického pole s možností plynulé změny rozsahu  $\pm 500$  Oe [13]. Magnetický moment vzorku snímáný detekčními cívkami umístěnými na pólech elektromagnetu byl pak vykreslen jako funkce externího magnetického pole.

Magnetická měření byla dále doplněna metodami citlivými na fázové složení zkoumaných pásků. Pro měření difraktogramů byl použit rentgenový difraktometr X'PERT-PRO s  $\text{CoK}\alpha$  zářením ( $\lambda = 0.17902$  nm) a Bragg-Brentanovou geometrií. Difraktogramy byly snímány v rozsahu  $2\theta$  od  $35^\circ$  do  $135^\circ$ , s krokem  $0.008^\circ$  a dobou 6s/krok. Získané výsledky dávají informaci z povrchové vrstvy o hloubce asi 10  $\mu\text{m}$ . Zafixováním lampy na úhel  $1.5^\circ$  (GIXRD) lze penetrační hloubku X-paprsků snížit až na 100 nm, což mnohem lépe koreluje s MOKE experimenty.

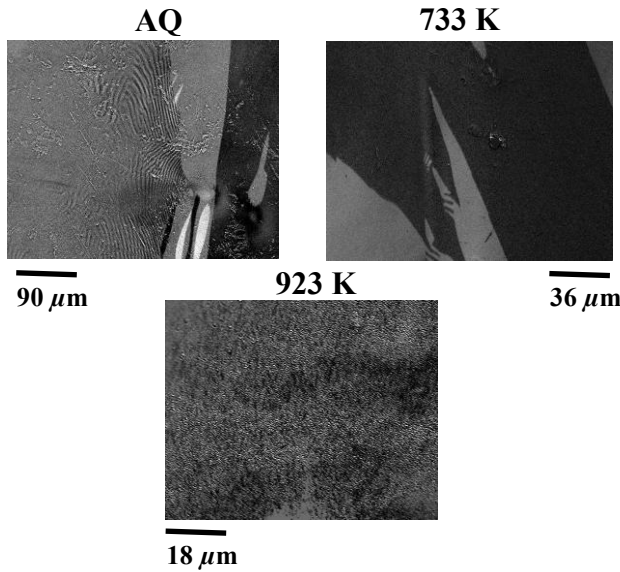
## Výsledky a diskuze

### A) Povrchové magnetické a mikrostrukturní vlastnosti

Amorfni stav AQ vzorků byl nezávisle potvrzen metodami XRD a TEM [11]. Magneticky nehomogenní doménová struktura povrchu vzorků je patrná z obrázku 1. Jedná se o důsledky náhodných tahových a tlakových napětí působících během výroby. Tato napětí jsou zodpovědná za vznik širokých pásových a jemných, tzv. „fingerprint“ nebo-li uzávěrových domén. Naměřená povrchová MOKE smyčka (obr. 2 nahoře) je složena ze dvou magneticky odlišných fází, což potvrzuje existenci různých oblastí s uspořádáním atomů do shluků - klastrů, které se v pásku opakují a podmiňují mírně odlišné magnetické chování. Klastry mají průměrnou velikost pouze jednotky nanometrů (vypočítáno z XRD) a jsou proto pod rozlišovací citlivostí Kerrovy mikroskopie.

Žíhání při teplotě 733 K (obr. 1) a podobně i při 743 K přispívá k relaxaci napětí. Z obrázku je vidět, že „fingerprint“ domény téměř zcela vymizely a naopak se zvětšila šířka pásových domén, což odráží pokládání lokální magnetizace do roviny pásku. Obrázek 2 (uprostřed) navíc dokumentuje výrazně asymetrické MOKE hysterézní smyčky s malým koercoitivním polem (okolo 5 Oe) naměřené v obou žíhacích atmosférách.

Naše vysvětlení asymetrií je založeno na existenci kvadratického magneto-optického Kerrova jevu, jehož silný příspěvek byl doposud experimentálně zjištěn pouze v případě dobře definovaných bcc tenkovrstevných systémů jako jsou Fe/MgO [10] nebo  $\text{Co}_2\text{FeSi}$  Heuslerovy slitiny [14]. Původ asymetrií pravděpodobně souvisí s existencí velmi malých (průměrná velikost 4-5 nm)  $\alpha$ -Fe případně  $\alpha$ -Fe(Si) nanokrystalů rozptýlených v povrchové oxidační



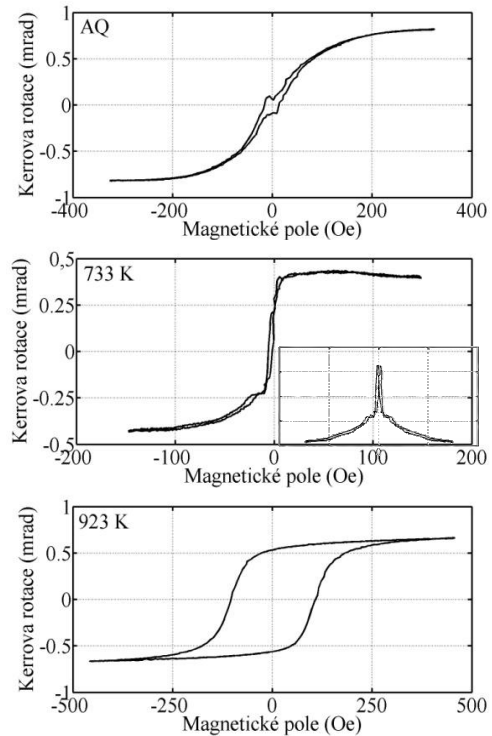
Obr. 1 Magnetické domény AQ pásku a pásků žíhaných při různých teplotách ve vakuu.  
Fig. 1 Magnetic domain patterns of AQ and vacuum-annealed ribbons.

vrstvě ( $B_2O$  pozorované v obou atmosférách a  $FeBO_3$  ve vakuu), jak bylo detekováno pomocí GIXRD. Náhodná orientace nanokrystalů vysvětluje, proč se velikost a znaménko QMOKE mění, necháme-li světelný svazek dopadnout do různých míst na vzorku. V některých místech dokonce QMOKE zaniká a pozorujeme symetrické hysterézní smyčky. Každou naměřenou smyčku jsme proto rozdělili na část symetrickou odpovídající lineárním lichým Kerrovým jevům a na část antisymetrickou ukazující sudý kvadratický Kerrův jev. Příklad separovaného QMOKE příspěvku na teplotě 733 K je ukázán ve zmenšeném obrázku u příslušné hysterézní smyčky na obr. 2 uprostřed.

Problémem je, že kvadratické jevy v páscích, popsáné v předchozím odstavci, jsou silně nehomogenní a neumožňují proto sledovat vliv povrchové magnetické anizotropie. Tyto experimenty vyžadují rotaci v rovině vzorku během které musí dopadající laserový svazek zůstat přesně ve stejném místě. Proto jsme zaměřili naši pozornost na analýzu amplitudy QMOKE v nasycení, kterou lze provést bez rotace vzorku pomocí osmi-směrové metody [14]. Dopadající světlo je postupně fokusováno do různých míst na vzorku a v každém z nich se měří osm hysterézních smyček s magnetickým polem aplikovaným ve směrech  $H_1 - H_8$ . Protože magnetizace je položena do roviny pásku, získané kvadratické smyčky jsou přímo úměrné členům  $M_L M_T$  a  $M_L^2 - M_T^2$ , kde  $M_L$  a  $M_T$  jsou složky magnetizace v rovině pásku rovnoběžné a kolmé na rovinu dopadu světla. V nasycení jsou kvadratické jevy největší a příspěvky obou členů lze separovat s využitím následujících vztahů [12]:

$$\theta_{sat, M_L M_T} = [\theta(H_1) + \theta(H_5)]/4 - [\theta(H_3) + \theta(H_7)]/4$$

$$\theta_{sat, M_L^2 - M_T^2} = [\theta(H_8) + \theta(H_4)]/4 - [\theta(H_2) + \theta(H_6)]/4$$



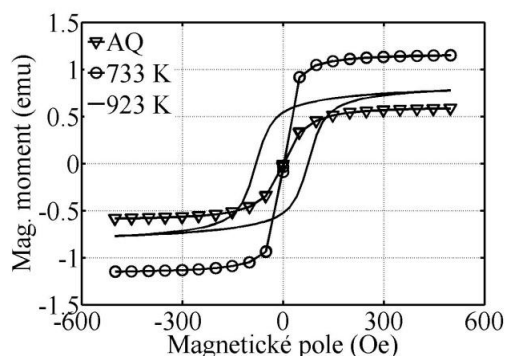
Obr. 2 MOKE hysterézní smyčky  $FeSiNbCuB$  vzorků v původním (AQ) a vakuově-žíhaných stavech.  
Fig. 2 MOKE hysteresis loops of the as-prepared (AQ) and vacuum-annealed  $FeSiNbCuB$  samples.

Naše studium kvadratických jevů v nasycení ukázalo, že sporadicky existují místa s převládajícím příspěvkem buď členu  $M_L M_T$  nebo členu  $M_L^2 - M_T^2$  [12]. Nejčastěji je ale pozorována situace, kdy se oba členy prolínají a jsou tedy nenulové. V jednom místě byla naměřena maximální amplituda v nasycení okolo 0.2 mrad, což je přibližně třikrát méně než doposud největší hodnota QMOKE pozorovaná v  $Co_2FeSi$  Heuslerových slitinách [14].

Žíhání při teplotě 823 K vyvolává změny mikrostruktury povrchu i objemu slitiny. Nanokrystalové zrna se zvětšují na 10-13 nm a pronikají hlouběji pod povrch. Tím dochází ke změně mikrostruktury, která má pravděpodobně za následek postupnou symetrizaci povrchových MOKE smyček. Nicméně měření hysterézních smyček na více místech povrchu vzorků odrážela nehomogenní mikrostrukturu projevující se různou velikostí jejich nesymetrie. QMOKE zcela zaniká až při teplotě žíhání 923 K, kdy byly naměřeny hysterézní smyčky symetrické lišící se pouze velikostí koercitivního pole, a to 100 Oe u vzorku žíhaného ve vakuu (obr. 2 dole) a 20 Oe po žíhání ve vodíku. Zhoršení magnetických vlastností, charakteristických pro magneticky měkký materiál, je způsobeno tvorbou magneticky tvrdých krystalických fází na bázi Fe-B a také zvětšením  $\alpha-Fe(Si)$  krystalů až na 50 nm. V případě vzorku žíhaného při 923 K ve vakuu se navíc negativně projevuje i přítomnost oxidových fází. Doménová struktura zkrystalizovaného povrchu je zobrazena na obr. 1 dole.

### B) Objemové magnetické vlastnosti

Často pozorovaným jevem u pásků připravených metodou PFC jsou jejich odlišné povrchové a objemové magnetické vlastnosti. Jak bylo zmíněno výše, jsou oba povrchy silně ovlivněné kvalitou povrchu měděného válce, rychlostí ochlazení a do jisté míry i stavem prostředí, kde k výrobě pásků metodou PFC dochází. Velmi často lze na jednom nebo i obou površích pozorovat přítomnost krystalitů nebo oxidů povrchově citlivými metodami, viz MOKE, GIXRD. Na XRD difraktogramech se přítomnost krystalitů projevuje ostrými píky superponovanými na širokém amorfním halo. Z hlediska celkové tloušťky pásků, která bývá 20 i více  $\mu\text{m}$ , jsou tyto modifikace mikrostruktury v povrchu zanedbatelné a na měřené objemové magnetické charakteristiky (např. pomocí vibrační magnetometrie) se odlišná mikrostruktura povrchu nemusí projevit. To je zřejmé i z hysterézních smyček naměřených pomocí vibračního magnetometru na vzorcích ve stavu AQ a po žíhání při teplotách 733 K, 743 K a 823 K, které se vzájemně příliš neliší (obr. 3). Hodnoty koercivity jsou u AQ vzorků 1.5 Oe, u žíhaných vzorků klesají vlivem relaxace struktury až na 0.3 Oe, což řadí materiály typu FINEMET mezi vynikající magneticky měkké materiály. Vzhledem k téměř stejným rozměrům vzorků bylo možné analyzovat také chování magnetického momentu v nasycení. Ten byl nejmenší u AQ pásků (0.6 emu), následně narůstá až na 1.4 emu (733 K) a poté dochází k jeho pomalému poklesu s rostoucí teplotou žíhání. Smyčka naměřená při teplotě 923 K již detekuje přítomnost krystalické fáze (případně fázi) i v objemu. Hodnota objemového koercitivního pole 80 Oe je srovnatelná s hodnotou  $H_c$  naměřenou na povrchu vakuově-žíhaného vzorku.



Obr. 3 Objemové hysterézní smyčky naměřené pomocí VSM na AQ a vakuově-žíhaných FeSiNbCuB páscích

Fig. 3 Bulk VSM hysteresis loops of AQ and vacuum-annealed FeSiNbCuB ribbons.

### Závěr

V článku byla poměrně detailně studována slitina typu FINEMET připravená technologií rychlého ochlazení taveniny do tvaru pásků. Byly studovány a vzájemně korelovány mikrostrukturní a magnetické vlastnosti jak povrchových vrstev, tak celého objemu vzorků v původním amorfním stavu a po tepelném zpracování až do stavu makroskopické objemové krystalizace. Asymetrické reverzace longitudinální komponenty

magnetizace v povrchu pásků byly na takto připravených vzorcích pozorovány zcela poprvé. Tento nový povrchový jev je analyzován z pohledu kvadratických magneto-optických jevů. Jeho hlubší pochopení by mohlo přispět ke zdokonalení těchto materiálů a to jak z hlediska chemického složení, tak technologie výroby. Následně vhodně zvolený režim tepelného zpracování by pak mohl ovlivnit fyzikální vlastnosti a přispět k novým aplikacím těchto materiálů zejména v oblasti magnetických senzorů.

**Práce byla podpořena granty SP2012/78, CZ.1.05/2.1.00/01.0040 a P205/11/2137.**

### Literatura

- [1] INOUE, A., HASHIMOTO, K. *Amorphous and nano-crystalline materials*, 1st ed., vol. 3. Springer, 2001, pp. 1-216.
- [2] CHROBAK, A., NOSENKO, V., HANECZOK, G., BOICHYSHYN, L., KOTUR, B., BAJOREK, A., ŽIVOTSKÝ, O., HENDRYCH, A., Effect of rare earth additions on magnetic properties of  $\text{Fe}_{82}\text{Nb}_2\text{B}_{14}\text{RE}_2$  (RE = Y, Gd, Tb and Dy) amorphous alloys, *Materials Chemistry and Physics*, 130, 603, 2011.
- [3] AYKOL, M., MEKHRABOV, A.O., AKDENIZ, M.V., Nano-scale phase separation in amorphous Fe-B alloys: Atomic and cluster ordering, *Acta Materialia*, 57, 171, 2009.
- [4] KRISTIÁKOVÁ, K., ŠVEC, P., Continuous distribution of thermodynamic microprocesses in complex metastable systems, *Physical Review B*, 64, 184202, 2001.
- [5] JIA, Y.Y., WANG, Z., SHI, R-M., YANG, J., KANG, H-J., LIN, T., Influence of Ni addition on structure and magnetic properties of FeCo-based Finemet-type alloys, *Journal of Applied Physics*, 109, 073917, 2011.
- [6] NGO, D-T., MAHMUD, M. S., NGUYEN, H-H., DUONG, H-G., NGUYEN, Q-H., McVITIE, S., NGUYEN, CH., Crystallisation progress in Si-rich ultra-soft nanocomposite alloy fabricated by melt spinning, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322, 342, 2010.
- [7] WANG, Y.X., ZHAO, G. N., YAN, B., WANG, H. Y., LU, W., and ZHANG, Y., Structural evolution mechanism of early-stage nanocrystallization of Finemet amorphous ribbons, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 20, 1638, 2010.
- [8] CHROBAK, A., HANECZOK, G., CHELKOWSKA, G., MADEJ, L., Effect of structural disorder on magnetic frustration in the  $\text{Fe}_{80}\text{Nb}_6\text{B}_{14}$  amorphous alloy, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322, 1105, 2010.
- [9] CHENAKIN, S.P., GALSTYAN, G.G., TOLSTOGOZOV, A.B., KRUSE, N., XPS and ToF-SIMS characterization of a Finemet surface: effect of heating, *Surface Interface Analysis*, 41, 231, 2009.
- [10] POSTAVA, K., JAFFRES, H., SCHUHL, A., NGUYEN VAN DAU, F., GOIRAN, M., FERT, A.R., Linear and quadratic magneto-optical measurements of the spin reorientation in epitaxial Fe films on MgO, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 172, 199, 1997.
- [11] ŽIVOTSKÝ, O., JIRÁSKOVÁ, Y., HENDRYCH, A., MATĚJKA, V., KLIMŠA, L., BURŠÍK, J., Influence of annealing temperature and atmosphere on surface microstructure and magnetism in FINEMET-type FeSiNbCuB ribbons, *IEEE Transactions on Magnetics*, 48(4), 1367, 2012.
- [12] ŽIVOTSKÝ, O., KLIMŠA, L., HENDRYCH, A., JIRÁSKOVÁ, Y., BURŠÍK, J., A new phenomenon on the surface of FINEMET alloy, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, in press.
- [13] ŽIVOTSKÝ, O., HENDRYCH, A., KLIMŠA, L., HAMRLE, J., Využití vibračního magnetometru VSM ke studiu magnetických vlastností pevných a práškových materiálů, *Hutnické listy*, LXIV(3), 80, 2011.

[14] HAMRLE, J., BLOMEIER, S., GAIER, O., HILLEBRANDS, B., SCHNEIDER, H., JAKOB, G., POSTAVA, K., FELSER, C., Huge quadratic magneto-optical Kerr effect and magnetization reversal in the  $\text{Co}_2\text{FeSi}$  Heusler compound, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 40, 1563, 2007.

## Japonské hutnictví

[http://www.jisf.or.jp/en/statistics/sij/documents/steel\\_P16-17.pdf](http://www.jisf.or.jp/en/statistics/sij/documents/steel_P16-17.pdf)

Japonsko se drží na špici světového hutnictví. Vývoj počtu hlavních výrobních jednotek za posledních 10 let je v tab. 1 a změna charakteristiky je v tab. 2.

Tab. 1 Hlavní výrobní zařízení v japonských hutích

Zařízení	2001	2011
Vysoké pece	38	28
Kyslíkové konvertory	64	64
Elektrické pece	407	348
Zařízení plynulého odlévání	135	134

Tab. 2 Změna charakteristiky provozovaných vysokých pecí v Japonsku

Objem pece	2001	2011
Nad 5000 m <sup>3</sup>	4	13
4000 až 4999 m <sup>3</sup>	13	6
2000 až 3999 m <sup>3</sup>	10	9
Pod 2000 m <sup>3</sup>	6	0
Celkem	33	28

Rozdíl v počtu vysokých pecí v r. 2001 uváděných v tab. 1 a 2 je dán tím, že tab. 1 uvádí celkový počet existujících pecí, zatímco tab. 2 uvádí provozované vysoké pece. Vývoj v oblasti vysokých pecí je pěkný příklad zvyšování výrobnosti zvětšováním výrobních jednotek. Výroba surového železa zaznamenala v r. 2008 výrazný pokles a od té doby se zvolna zvyšuje. Vývoj technologických parametrů vysokých pecí ukazuje tab. 3.

Tab. 3 Vývoj technologických charakteristik japonských vysokých pecí (průměr všech pecí)

Rok	2007	2008	2009	2010	2011	
Koeficient využití objemu ( t/m <sup>3</sup> /den )	2,08	2,1	1,73	1,95	1,90	
Spotřeba surovin	Aglomerát (kg/t sur. Fe)	1157	1152	1194	1180	1188
	Pelety (kg/t sur. Fe)	126	135	105	121	119
	Železná ruda (kg/t sur. Fe)	322	319	317	314	305
Celková měrná spotřeba rudy (kg/t sur. Fe)	1,605	1,606	1,616	1,616	1,612	
Redukovadla	Měrná spotřeba koksu (kg/t sur. Fe)	371	370	397	371	353
	Měrná spotřeba práškového uhlí (kg/t sur. Fe)	124	125	107	134	151
Koeficient množství strusky (kg/t sur. Fe)	285	285	295	295	295	

Stav ocelářské technologie charakterizuje tab. 4 a 5.

Tab. 4 Charakteristika práce kyslíkových konvertorů v r. 2011

Výrobnost (t/hod)	471,7
Využití kapacity (%)	91,7
Objem kyslíku potřebný na tunu ingotů (Nm <sup>3</sup> /t)	57,9
Podíl oceli odlitý plynule (%)	98,9
Podíl oceli zpracované na zařízení sekundární metalurgie	94,5

Tab. 5 Charakteristika práce elektr. ocelářských pecí v r. 2011

Výrobnost (t/hod)	62,9
Využití kapacity (%)	90,3
Spotřeba elektrické energie na tunu ingotů (kWh/t)	443,2
Podíl oceli odlitý plynule (%)	95,7
Podíl oceli zpracované na zařízení sekundární metalurgie	94,5

Pozn.: Pod pojmem *ingoty* je nutné chápat odlité ingoty nebo kontislitky.

Z přehledů je vidět, že u obou typů pecí více než 90 % oceli prochází některým ze zařízení sekundární metalurgie. Je to důsledek toho, že roste poptávka po kvalitních ocelích. V uplynulém období byla vyřešena řada výzkumných úkolů. Nejdůležitější jsou uvedeny níže:

- Koksárenské pece pro 21. století.
- Standardizace zkušebních metod pro stanovení korozní odolnosti u povlakovaných plechů.
- Standardizace zjišťování charakteristik vysoce pevných trubek velkého průměru pro vysokotlaká plynová potrubí.
- Odbourávání a stabilizace  $\text{CO}_2$  s využitím ocelářské strusky.
- Využití strusek.
- Vývoj nových konstrukčních systémů budov využívajících inovované materiály.
- Inovace technologií zajišťujících snížení emisí  $\text{CO}_2$ .

Při řešení mnohých problémů se spolupracuje se zahraničím. Z uvedeného je vidět, že japonské hutnictví se snaží udržovat si svoji pozici na čele světového vývoje.

LJ

## Modelování permanentních magnetů na bázi Halbachových řad

### Modelling of Permanent Magnets Based on Halbach Lines

doc. Dr. Ing. Michal Lesňák, prof. Ing. Jaromír Pištora, CSc., RNDr. František Staněk, Ph.D., RMTVC, VŠB-Technická univerzita Ostrava

*Byly navrženy geometrické konfigurace permanentních magnetů na bázi Halbachových řad pro generování silných magnetických polí. Bylo provedeno jejich modelování pomocí metody konečných prvků. Využitím Halbachovy protilehlé lineární sestavy došlo ke zvýšení hodnoty magnetické indukce uprostřed mezery o šířce 20 mm přibližně o 60 % při srovnání s klasickým uspořádáním. Na rozdíl od klasické konfigurace, kdy hodnota magnetické indukce je téměř konstantní ve středu mezery ve směru paralelním s čely magnetů, pro případ Halbachových protilehlých sestav pozorujeme pokles maximální hodnoty indukce v tomto paralelním směru; při posunu 20 mm o více než 30 %.*

*Geometric configurations of permanent magnets based on Halbach lines were designed for generating strong magnetic fields. Theoretical modeling of distribution of realized magnetic fields was made with use of finite element method. Use of the Halbach opposite linear group increased the values of magnetic induction in the middle of the gap with the width of 20 mm by approx. 60% when compared with conventional arrangement. Unlike conventional configuration, where the value of magnetic flux density is nearly constant in the middle of the gap in the direction parallel to the faces of magnets, in the case of the Halbach opposite groups a decrease of the maximum value of induction was observed in this parallel direction at displacement of 20 mm by more than 30%.*

*What concerns the mentioned specific case of two opposite Halbach groups the values of magnetic induction exceeding 2 T were achieved in an air gap with thickness up to approx. 5 mm. This result was made possible essentially by an arrangement and dimensioning of just several NdFeB magnet, that are currently normally available both from the viewpoint of their initial dimensions and material quality. Total mass of magnets in both opposite groups was only 3.75 kg.*

*It was confirmed by computer simulation that with use of the mentioned opposite linear Halbach groups, equipped with NdFeB magnets with high energetic product, it is possible to achieve very strong magnetic fields in the limited volume. Use of larger magnets or magnetic blocks made of the same material thus provides a real possibility of creation of strong magnetic field in larger volume for various applications.*

U měření magneto-optických vzorů je nutné použít magnetické pole s vysokými hodnotami magnetické indukce, případně extrémním gradientem tohoto parametru. Permanentní magnety na bázi vzácných zemin jsou díky vysokým hodnotám remanentní magnetizace a hustoty energie předurčeny pro tyto účely. V sedmdesátých letech minulého století byla publikována první práce, týkající se tzv. jednostranných magnetických toků u planárních geometrií magnetů [1]. Následně Halbach popsal novou konfiguraci kvadrupólů s využitím kobaltových permanentních magnetů [2]. Marble uvádí [3], že lze relativně jednoduchým uspořádáním permanentních magnetů dosáhnout zvýšení o více než 80% maximálně možného magnetického pole.

Autoři v práci [4] popisují geometrické uspořádání permanentních magnetů typu NdFeB pro magnetickou rezonanci, které v realizovaném zařízení o celkové hmotnosti 790 kg (z toho 290 kg hmotnost NdFeB magnetů z materiálu N42) generuje ve vzduchové mezeře 0,06 m a průměru pólu 0,2 m magnetické pole o indukci 1,6 T. Autoři v téže práci uvádějí, že užití Halbachovy kruhové sestavy (Halbach ring structure) by

umožnilo dosáhnout vysoké intenzity polí a snížit hmotnost zařízení, avšak tato sestava je příliš složitá pro výrobu a skládání.

U zjednodušených Halbachových válců bylo dosaženo hodnot až 1,8 T [5], u Halbachových válců s železnými pólovými koncentrátoři magnetického toku se maximální úroveň magnetické indukce posunula na hodnotu 3,9 T [6]. V práci [5] je popsán i originální zdroj magnetického pole na bázi permanentních magnetů (Halbachova koule), kde výpočtem stanovená hodnota magnetické indukce v centrální oblasti ( $\varnothing$  6 mm x h 2,8 mm) překročila úroveň 4,3 T. Kromě otázky velikosti generovaného pole je v mnoha případech důležité sledovat i uniformitu tohoto pole. Řešení tohoto problému je diskutováno na základě Halbachových geometrických konfigurací, tj. kruhového dipólu, čtvercového dipólu a C-dipólu [6]. Při nižších hodnotách polí (méně než 0,4 Br) jsou nejvýhodnější konstrukce typu C-dipól, při řešení polí s vysokými hodnotami magnetického toku se jako nejlepší ukazují čtvercové a kruhové dipóly.

V systémech s magnetickým chlazením je nutné vytvářet oblasti s vysokou a jiné s nízkou hodnotou magnetického toku. Aplikací Halbachovy válcové sestavy, kdy část permanentních magnetů je nahrazena magneticky měkkým materiálem s vysokou hodnotou relativní permeability, lze dosáhnout téměř 50% zvýšení diference mezi hodnotami magnetické indukce v oblastech s vysokou a nízkou úrovní magnetického pole [7].

V dalších publikacích byly popsány konstrukce autonomních zdrojů silného magnetického pole pro magnetickou separaci především v keramických technologických procesech [8-10]. Cílem této předkládané práce je navázat jak na tyto, tak zejména na další práce a poznatky při simulaci a realizaci silných magnetických polí [11-15]. Předložený text je věnován teoretickému modelování, realizaci a testování zdroje magnetického pole, vycházejícího z protilehlých lineárních Halbachových sestav NdFeB magnetů ve srovnání s klasickým uspořádáním protilehlých permanentních magnetů z materiálu téhož typu a kvality.

## 1. Formulace modelu

Matematický model je formulován skalárním magnetickým potenciálem. Je možné rozlišit dva typy oblastí: prostředí kolem studovaného objektu (vzduch) a magnetický materiál (permanentní magnety). Obecně platí, že magnetická indukce je definována vztahem:

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{M} + \mu_0 \vec{H}, \quad (1)$$

kde  $\vec{H}$  je intenzita magnetického pole a  $\vec{M}$  je magnetizace. V našem případě se předpokládá, že magnetizace v permanentním magnetu je homogenní a okolní prostředí je magneticky izotropní. Magnetická indukce musí splňovat podmínku

$$\nabla \cdot \vec{B} = 0. \quad (2)$$

K tomu, aby bylo možné vypočítat rozložení magnetického pole, je zapotřebí magnetické pole popsat pomocí skalárního magnetického potenciálu, který je definován jako:

$$\vec{H} = -\nabla \Phi. \quad (3)$$

Vložením výrazu pro skalární magnetický potenciál do (1), a aplikací operátoru divergence dle vztahu (2) vede k následujícímu [16]:

$$\nabla \cdot \mu_0 \nabla \Phi = \nabla \cdot \mu_0 \vec{M}. \quad (4)$$

Rovnice (4) představuje řešení formulace upravující skalární magnetický potenciál. Oba typy uvedených dílčích oblastí jsou bez proudu a výsledkem je to, že

tangenciální složky intenzity magnetického pole podél jejich vzájemných hranic jsou spojitě.

Nicméně, kontinuita magnetického toku mezi oblastmi je popsána vztahem:

$$\vec{n}_1 \cdot \vec{B}_1 - \vec{n}_2 \cdot \vec{B}_2 = 0. \quad (5)$$

Zde se index 1 se vztahuje na permanentní magnet a index 2 je spojen s přilehlým vzduchem. To vede ke stavu, vyjádřeného rovnicí:

$$\mu_0 (-\nabla \Phi_1) \cdot \vec{n} + \vec{n} \cdot \mu_0 \vec{M} - \mu_0 (-\nabla \Phi_2) \cdot \vec{n} = 0, \quad (6)$$

kde  $\vec{n}$  je normální jednotkový vektor na rozhraní hranice oblasti 1 a 2. Rovnice (4) může být považována za diferenciální rovnice v oblasti:

$$L\Phi = f \quad (7)$$

a spolu s příslušnou okrajovou podmínkou. Pomocí řešení okrajové podmínky definujeme skalární magnetický potenciál. Okrajové podmínky lze formulovat pomocí variačního počtu [16]. Následně místo přímého řešení rovnice (7) použijeme funkční minimalizace v oblasti. Funkci lze zapsat jako:

$$F(\Phi) = \int_{\Omega} \nabla \cdot \mu_0 \nabla \Phi - \mu_0 \nabla \cdot \vec{M} d\Omega = 0, \quad (8)$$

kde  $\Phi$  je přibližné řešení (7). Aproximace neznámého řešení e-tého prvku může být vyjádřena jako

$$\Phi^e = \sum_{j=1}^n N_j^e \Phi_j^e = \{N_j^e\}^T \{\Phi^e\} = \{\Phi^e\}^T \{N^e\} \quad (9)$$

$n$  označuje počet uzlů v prvku,  $\Phi_j^e$  je hodnota magnetického potenciálu j-tého uzlu a  $N_j^e$  je interpolace funkce pro tento uzel. Vložení přibližného řešení (8) a použití Galerkinovy metody s využitím volných váhových funkcí, které jsou stejné jako funkce pro rozšíření přibližného řešení. Minimalizační postup vede k lineárním rovnicím systémů,

$$\sum_{e=1}^M ([K^e] \{\Phi^e\} - \{b^e\}) = 0 \quad (10)$$

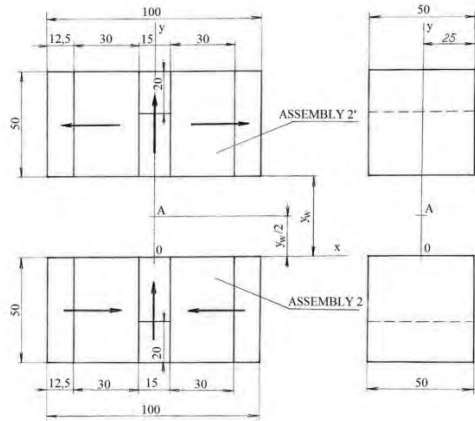
kde  $K^e$  a  $b^e$  jsou matice, které jsou pro každý prvek získány použitím (8), výraz je sloupcový vektor skalárního magnetického potenciálu pro e-tý prvek. Provedeme součet přes všechna  $e$  je ve vztahu k celkovému počtu prvků v doméně. Jakmile je systém elementární rovnice sestaven, lze hodnoty skalárního magnetického potenciálu spočítat. Na základě rovnic (8)-(10) byl vypočten průběh hodnot magnetické indukce uprostřed mezery mezi dvěma protilehlými

Halbachovými sestavami. K modelování byl použit systém ANSYS, který používá výše uvedené postupy.

## 2. Modelování Halbachových sestav

Pro modelování silných magnetických polí byly navrženy sestavy, které jsou zobrazeny na obr. 1. Jako základ byly užity NdFeB bloky s rozměry 50 x 50 x 30 mm z materiálu N45 s remanencí  $B_r = 1.354 \text{ T}$  a energetickým součinem  $(BH)_{\max} = 348 \text{ kJ/m}^3$ .

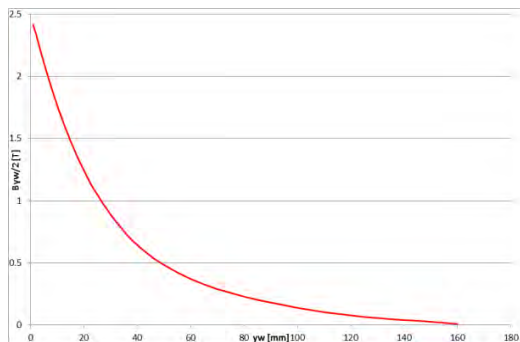
Modelované uspořádání (dvě protilehlé Halbachovy sestavy) je znázorněno na obr. 1. Provedli jsme modelování oddalováním sestav od sebe. V bodě A. Za pomoci systému Ansys bylo provedeno modelování magnetických sestav ve 3D. Model byl navržen jako nelineární se zadáním magnetických vlastností pomocí B-H křivek.



Obr. 1 Protilehlé Halbachovy sestavy  
Fig. 1 Opposite Halbach groups

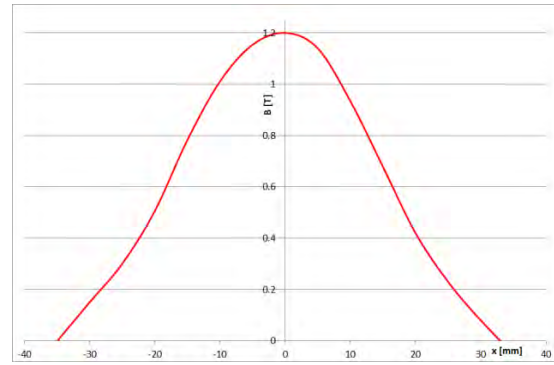
## 3. Dosažené výsledky

Porovnání hodnot magnetické indukce  $B_{yw/2}$  získaných modelováním podle rovnice (8-10) je zřejmé z obr. 2.



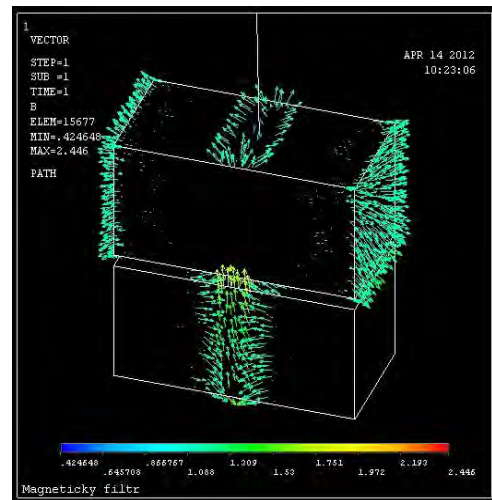
Obr. 2 Průběh hodnot magnetické indukce uprostřed mezery mezi dvěma protilehlými Halbachovými lineárními sestavami  
Fig. 2 The course of magnetic induction values in the middle of the gap between the two opposite Halbach linear groups

Porovnání hodnot magnetické indukce  $B_{yw/10}$  získaných modelováním (rovnice 8 -10) je zřejmé z obr. 3.

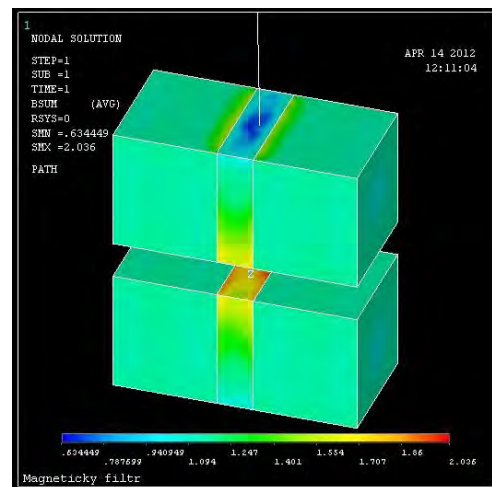


Obr. 3 Distribuce magnetického pole ve středu mezery podél permanentních magnetů  
Fig. 3 Distribution of the magnetic field at the center of the gap along the permanent magnets

Rozložení magnetické indukce v Halbachově sestavě je znázorněno na obr. 4 až 6.

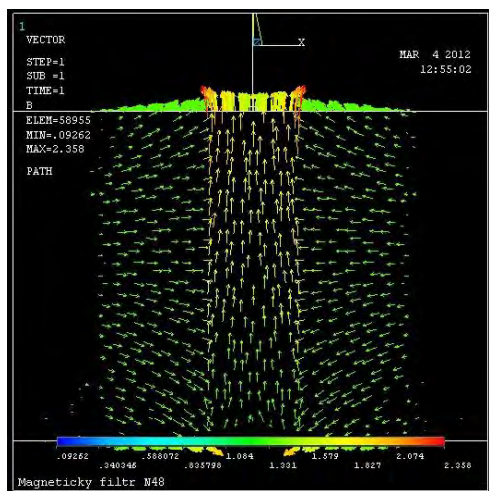


Obr. 4 Zobrazení rozložení vektoru magnetické indukce v Halbachově sestavě.  
Fig. 4 Display of vector magnetic induction in Halbach group.



Obr. 5 Zobrazení rozložení magnetické indukce v Halbachově sestavě.  
Fig. 5 Display of vector magnetic induction in Halbach configuration.





Obr. 6 Detail zobrazení rozložení vektoru magnetické indukce v Halbachově sestavě.

Fig. 6 Detail view of distribution of magnetic induction vector in Halbach group.

## Závěr

Byly navrženy geometrické konfigurace permanentních magnetů na bázi Halbachových sestav pro generování silných magnetických polí, teoreticky modelovány příslušné distribuce realizovaných magnetických polí. V uvedeném konkrétním případě dvou protilehlých Halbachových sestav byly dosaženy ve vzduchové mezeře šířky do cca 5 mm hodnoty magnetické indukce více než 2 T. Tento výsledek byl umožněn sestavením a rozměrovou úpravou v podstatě pouze několika NdFeB magnetů, v současnosti běžně dostupných jak z hlediska výchozích rozměrů, tak kvality materiálu, přičemž celková hmotnost magnetů v obou protilehlých sestavách dohromady činí pouze 3.75 kg.

Počítačovou simulací bylo potvrzeno, že pomocí uvedených protilehlých lineárních Halbachových sestav, osazených NdFeB magnety s vysokým energetickým součinem, lze dosáhnout ve vymezeném objemu velmi silných magnetických polí. V případě užití magnetů větších rozměrů, resp. magnetických bloků z téhož materiálu, se tak objevuje reálná možnost vytvoření silného magnetického pole ve větším objemu pro různé aplikace.

### Poděkování

*Příspěvek byl podpořen projektem RMTVC No. CZ.1.05/2.1.00/01.0040.*

### Literatura

[1] MALLINSON, J. C. One-side fluxes – A magnetic curiosity?, IEEE Transactions on Magnetics, 9 (1973) 678.

- [2] HALBACH, K. Strong Rare Earth Cobalt quadrupoles. IEEE Transactions on Nuclear Science, NS-26, (1979) 3882.
- [3] MARBLE, A. E. Strong, stray static magnetic fields. IEEE Transactions on Magnetics, 44 (2008) 576.
- [4] WANG, Z., YANG, W. H., ZHANG, X. B., HU, L. L., WANG, H. X. A design of 1.5 T permanent magnet for MR molecular imaging. IEEE Transactions on Applied Superconductors, 20 (2010) 777.
- [5] BLOCH, F., CUGAT, O., MEUNIER, G., TOUSSAINT, J. C. Innovating approaches to the generation of intense magnetic fields: Design and optimization of a 4 Tesla permanent magnet. IEEE Transactions on Magnetics, 34 (1998) 2465.
- [6] LI, CH., DEVINE, M. Efficiency of permanent magnet assemblies for MRI device. IEEE Transactions on Magnetics, 41 (2005) 3835.
- [7] BJØRK, R., BAHL, C. R. H., SMITH, A., PRYDS, N. Improving magnet designs with high and low field regions. IEEE Transactions on Magnetics, 47 (2011) 1687.
- [8] ŽEŽULKA, V., STRAKA, P. A new method of assembling large magnetic blocks from permanent NdFeB magnets. Acta Geodynamica et Geomaterialia, 4 (2007) 75. (Available on [http://www.irms.cas.cz/abstracts/AGG/AGG3\\_147/9\\_Zezulka.pdf](http://www.irms.cas.cz/abstracts/AGG/AGG3_147/9_Zezulka.pdf))
- [9] ŽEŽULKA, V., STRAKA, P. METHODS of assembling large magnetic blocks from NdFeB magnets with a high value of (BH) max and their influence on the magnetic induction reached in an air gap of a magnetic circuit. IEEE Transactions on Magnetics, 44 (2008) 485.
- [10] ŽEŽULKA, V. Magnetic circuit with large blocks from NdFeB magnets for suspended magnetic separators. Acta Geodynamica et Geomaterialia, 7 (2010) 227.
- [11] ŽEŽULKA, V., STRAKA, P. The realization of strong, stray static magnetic fields. Acta Geodynamica et Geomaterialia, 9 (2012) 71.
- [12] BJØRK, R., SMITH, A., BAHL, C. R. H. Analysis of the magnetic field, force, and torque for two-dimensional Halbach cylinders. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 322 (2010) 133.
- [13] SARWAR, A., NEMIROVSKI, A., SHAPIRO, B. Optimal Halbach permanent magnet designs for maximally pulling and pushing nanoparticles. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 324 (2012) 742.
- [14] HILTON, J. E., MCMURRY, S. M., An adjustable linear Halbach array. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 324 (2012) 2051.
- [15] BJØRK, R., BAHL, C. R. H., SMITH, A., PRYDS, N. Comparison of adjustable permanent magnetic field sources. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 322 (2010) 3664.
- [16] JIN, J. The Finite Element Method in Electromagnetics. J. Wiley & Sons Inc., New York, 2002.
- [17] LONG, Z., HE, G., XUE, S. Study of EDS & EMS Hybrid Suspension System with Permanent-Magnet Halbach Array. IEEE Transactions on Magnetics, 47 (2011) 4717.
- [18] CHOI, J., YOO, J. Design of a Halbach magnet array based on optimization techniques. IEEE Transactions on Magnetics, 44 (2008) 2361.

# neželezné kovy a slitiny

## Activities of the Department of Materials Preparation in the Regional Materials Science and Technology Centre in Ostrava

### Vědecko-výzkumné aktivity oddělení přípravy materiálů v Regionálním materiálově technologickém výzkumném centru Ostrava

prof. Ing. Jaromír Drápala, CSc., prof. Ing. Miroslav Kursá, CSc., doc. Ing. Miroslav Greger, CSc., Ing. Ivo Szurman, Ph.D., Ing. Silvie Brožová, Ph.D., Ing. Jitka Malcharcziková, Ph.D., Ing. Daniel Petlák, doc. Ing. Václav Néték, CSc., Ing. Michal Madaj, Ing. Martin Pohludka, Ing. Zdeněk Noga, CSc., RMSTC, VŠB-Technical University of Ostrava

*The article informs about creation and activities of the Regional Materials Science and Technology Centre (RMSTC) at the VŠB-Technical University of Ostrava, Faculty of Metallurgy and Materials Science [1]. The first stage of the project („Start-up“ stage) is focused on building of the centre in terms of investments into equipment, infrastructure and creation of research teams. This stage is solved during the years 2010 to 2013. The next stage of the project will be realised in the period 2014 to 2018. It will concern achievement of the state of sustainability, i.e. RMSTC own scientific and research activities, realisation of various national and international projects, cooperation with external companies, offer and sale of special materials and services, creation of prototypes, industrial designs, patents, technical publications, etc. From the viewpoint of material the activities are aimed at preparation of highly pure materials, special alloys, bio-medical materials, development of materials for high temperature applications, preparation of materials by progressive powder metallurgy technologies, preparation of ultra fine-grained and nano-crystalline materials based on non-ferrous metals, alloys and steels processed by severe plastic deformation. The project solves the issues of the processes running in the liquid phase, both in steel and in materials based on non-ferrous metals, in order to improve their structural perfection with impact on the service properties. Within solution of research and development activities of the RMSTC the findings obtained at solution of the research plans are further developed and applied at solution of the issues that are realizable in the application sphere and which offer high innovation potential at solution of specific tasks in practice.*

*Cílem projektu „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum“ (RMTVC) je vybudovat na Fakultě metalurgie a materiálového inženýrství Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava moderní laboratoře a vytvořit týmy, které budou vyvíjet, připravovat, zkoumat a optimalizovat pokročilé materiály a technologie jejich přípravy pro aplikační sféru. Činnost RMTVC je zaměřena na přípravu vysoce čistých materiálů, speciálních slitin, biomedicínských materiálů, na vývoj materiálů pro vysokoteplotní aplikace a energetiku, na přípravu materiálů progresivními technologiemi práškové metalurgie (magnetické, frikční a kompozitní materiály apod.), na přípravu ultrajemných a nanokrystalických materiálů na bázi neželezných kovů, jejich slitin a ocelí připravených extrémní plastickou deformací, na výzkum pochodů v tekuté fázi probíhajících v reaktorech, které mají vliv na užitné vlastnosti materiálů, na fyzikální a matematické modelování procesů tváření materiálů včetně kování a aplikace získaných poznatků na výzkum a vývoj technologií tváření. Komplexnost řešení materiálově technologické problematiky bude dále prohloubena studiem degradačních procesů sledovaných materiálů působením koroze, vysokých teplot, napěťových stavů a zkrěhnutí vlivem působení vodíku a jejich vlivu na mechanismus degradace a bezpečnost při provozním nasazení. Součástí cíle projektu RMTVC je i zlepšení infrastruktury a materiálního zabezpečení tak, aby bylo možné zvýšit podíl studentů na výzkumu, vývoji a inovacích prováděných vysokou školou, zlepšit kvalitu odborné přípravy budoucích VaV pracovníků, zlepšit schopnost absolventů využívat pokročilé technologie a aplikovat nejnovější výsledky vědy do praxe.*

*V článku jsou uvedeny hlavní současné i budoucí aktivity oddělení přípravy materiálů, které zahrnuje tři laboratoře: laboratoř čistých kovů, laboratoř technologie přípravy speciálních materiálů a laboratoř intenzivních procesů tváření materiálů. Jsou prezentovány základní technické parametry jednotlivých zařízení a možnosti jejich aplikací. Hlavním vědecko – výzkumným zaměřením oddělení je vývoj a optimalizace nových technologií přípravy vysoce*

*čistých materiálů, speciálních kovových slitin a intermetalických sloučenin s definovanou strukturou a fyzikálními vlastnostmi pro aplikace v elektronice, medicíně, strojírenském a chemickém průmyslu.*

The objective of the project „Regional Materials Science and Technology Centre (RMSTC)” is to build laboratories and teams that will develop, prepare, investigate and optimize advanced materials and metallurgical technologies [1]. The centre is focused on the preparation of highly pure materials and special alloys for high-tech, bio-medical applications, power engineering, electronics, automotive industry, aviation engineering, etc.

From the material point of view the RMSTC activities are oriented on new advanced materials, but also on traditional structural materials, such as steel. In connection with the development trends of the world industry and with the generally increasing requirements to high quality structural materials, situation during recent years stabilised and Czech metallurgical industry significantly developed from the perspective of quality, efficiency and competitiveness of its production. One of the other objectives of this project consists in creation of the necessary technical background for raising among the younger generation the interest in studies of disciplines dealing with material and technology. Creation of the centre will improve the infrastructure and material support that will lead to an increase of participation of doctoral candidates and students in research, development and innovation carried out by the university, to improvement of the quality of training of future R&D personnel, improvement of the ability of graduates to use the advanced technology and apply the latest scientific results into practice.

The RMSTC will be of great importance for both VSB - TU Ostrava and the Moravian-Silesian Region, as it will build a modern center with high-tech technologies and create new job opportunities. The total financial cost of establishing the centre in the years 2010 to 2013 (project "Start-up") amount to CZK 680 million, including the funding from the EU in the amount of CZK 578 million, the rest of the 102 million being subsidy from the national budget of the Czech Republic. At present, approximately 70 % of the planned capital investments have already been realised. The director of the RMSTC is prof. Ing. Miroslav Kursá, CSc.

The aim of the project "Start-up" consists of building the RMSTC infrastructure, i.e. the equipment of laboratories with the necessary modern instrumentation for preparation, processing and diagnostics of various advanced materials, creation of work teams, involvement of scientists and teaching staff, doctoral candidates and students in solution of partial research programs. In the implementation phase (2014 - 2018) the center will benefit from the technical and personnel potential (phase of self-financing) at solving of scientific and research projects funded for example by GAČR,

TAČR, Ministry of Industry and Trade, as well as of international projects, in particular in collaboration with industry on the basis on contracts according to the specific requirements to special materials, products, services, etc.

Organizational structure of the centre is divided into five departments:

1. Department of materials preparation (laboratory of pure metals and technological laboratory for preparation of special alloys, laboratory of materials with ultra fine-grained structure prepared by forming).
2. Department of powder technologies (laboratory of magnetic and ceramic materials, laboratory of friction composites).
3. Department of forming processes (laboratory of processes of severe plastic deformation, laboratory of modelling and optimization of the forming technologies).
4. Department of evaluation of materials properties (laboratory of structural analysis, laboratory of mechanical properties, laboratory of chemical analyses, laboratory of surface analysis and corrosion, laboratory of physical properties).
5. Department of experimental verification of technologies and applications (laboratory for the production of new materials and laboratory of modelling of processes in liquid and solid phases).

On the basis of the existing results of the research and development and in collaboration with potential customers in the application sphere the following research programs were formulated (working groups WG1...WG6):

WG1. Development and optimization of new technologies of highly pure materials, special metallic alloys and intermetallic compounds with defined structures and physical properties for applications in electronics, medicine, mechanical engineering and chemical industry (leader: prof. Ing. Jaromír Drápala, CSc.).

WG2. Development and optimization of processes of powder technologies for production of selected types of materials and products (leader: Ing. Kateřina Skotnicová, PhD.).

WG3. Control of specific properties of intensively rolled and thermo-mechanically processed materials using their structural potential (leader: prof. Ing. Ivo Schindler, CSc.).

WG4. New sources of strength and toughness of materials for demanding technological applications (leader: prof. Ing. Bohumír Strnad, DrSc.).

WG5. Research of metallic materials with nano-structure and development of processes for their preparation (leader: prof. Ing. Jaromír Pištora, CSc.).

WG6. Experimental verification of new technological procedures for metallic materials with high quality parameters (leader: Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.).

The RMSTC links its activities to the R&D of the applicant and its partner – the company MATERIAL & METALLURGICAL RESEARCH Ltd. on the basis of existing long-term mutual cooperation, the complexity of which in the field of metallurgy and processing of metallic materials represents a unique working site in the context of the Czech Republic and contributes significantly to the development of its material base.

### Activities at the Department of materials preparation

The „Department of materials preparation” (WG1) consists of the „Laboratory of pure metals”, „Laboratory of special materials” and „Laboratory of materials with ultra fine-grained structure prepared by forming”. The focus of research and development activities of the „Laboratory of pure metals” is concentrated on the following key issues: Investigation of processes of refining metallic materials, preparation of single crystals and defined materials, determination of the origin and distribution of admixtures in the crystal and investigation of the physical-chemical properties of highly pure substances and regularities of changes of their properties in dependence on their chemical composition, concentration of admixtures, crystalline defects and structural parameters.

The current trend is focused on the preparation of composite materials with metallic matrix, super-alloys, titanium alloys, intermetallic compounds... Problems related to the preparation of these materials involve not only the removal of harmful impurities, but also the maximum approach to the stoichiometric composition. In this context, a very important role is played by the knowledge of the phase equilibrium of binary, ternary or poly-component diagrams and the specificity of interactions between individual components at the crystallization as the final stage at the production of bulk crystals. The department work is focused on the achievement of peak parameters in terms of purity of materials and controlled structure. It includes the range of materials from low-melting alloys with the melting point of 300 °C (new types of lead-free solders) up to the melting temperature of 3400 °C (refractory metals – W, Ta, Mo, Nb, special alloys and intermetallic compounds).

### Project „Start-up”

Basic guidelines of the project „Start-up” 2010 – 2013 (WG1):

- Building of a complex of modern metallurgical equipment for preparation of highly pure metallic crystalline materials, special alloys and advanced materials.

- Development and optimisation of technology of zone melting (floating zone method) for preparation of single crystals of refractory metals and their low-alloyed alloys.
- Development and optimisation of technology of directional crystallisation of nickel and titanium alloys.
- Development, preparation and optimisation of alloys and intermetallic compounds Ni-Al, Ti-Al and Ti-Ni.
- Development and preparation of unconventional alloys by the plasma melting process in the vertical mould.
- Preparation of metallic materials with the defined physical and structural parameters and investigation of their characteristics from the viewpoint of the application output. Technological processing of these materials by the forming processes.
- Preparation of materials with new service properties and increased service life in extreme conditions.
- Optimisation of crystallisation processes in order to achieve the structural and chemical homogeneity of crystalline high-temperature materials.
- Development of new types of lead-free solders for the electronics, heat exchangers, automotive industry, soldering of cutting tools, etc.
- Elaboration of new technologies and enhancement of the existing ones for preparation of highly pure crystals in order to obtain numerous metals with the purity of 5N.

### Applied research for the period 2014 - 2018

The focus of the R&D activities of the Laboratory of pure metals and special alloys (WG1) in the period 2014 – 2018 is focused mainly on:

- Investigation of metal refining processes by metallurgical methods in order to achieve the maximum possible purity and defined chemical structures, including micro- and macro-homogeneity.
- Preparation of metallic single crystals of pure metals and low-alloyed alloys, selection of melting units, optimization of technological parameters, preparation of oriented seeds, investigation of basic characteristics of single crystals.
- Investigation of physical-chemical properties of highly pure substances and regularities of changes of their properties in dependence on their chemical composition, concentration of admixtures, crystalline defects and structural parameters.
- Research of new types of bio-compatible materials for medical applications.
- Research of new types of intermetallic compounds for power engineering, aerospace and mechanical engineering industries.
- Research of the interaction of elements in functionally gradient materials at high temperatures.

Cooperating workplaces in the framework of the RMSTC are especially the following ones: departments of metals forming, powder metallurgy, diagnostics of materials (chemical and structural analyses, chemical,

physical and mechanical properties, surface analyses and corrosion) and others.

## Instrumentation of the Department of materials preparation

R&D activities of the „Laboratory of pure metals" and the „Laboratory of special materials" are focused on the building of experimental furnaces for plasma metallurgy, vacuum metallurgy, processes of normal freezing of melts, quick solidification of melts. The chosen instruments cover a wide spectrum of technologies for the preparation of progressive materials with directed structure and properties. It includes a large area of materials: metals, alloys and intermetallic compounds with the melting temperature from 200 °C (solder alloys) to 3420 °C (tungsten):

Electron-beam zone melting furnace for refining of refractory metals (W, Mo, Ta, Nb...) and preparation of single crystals from them – floating zone method (producer Delong Instruments, a.s., Brno), see Fig. 1. Technical parameters: vacuum: approx.  $1 \cdot 10^{-4}$  Pa, length of crystals: max. 400 mm, diameter: max. 15 mm (Mo, Nb), orientation:  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  ... Application: W and Mo – lighting technology, chemical standards, thermoelectric couples, emitters in vacuum technology (electron microscopes), microelectronics.

Medium frequency casting equipment “Supercast – Titan” is an equipment for induction melting of special alloys based on Ti, Ni, Fe, intermetallic compounds, etc. in a vacuum or under protective atmosphere (Ar), and for production of precision castings (producer LINN, Germany) – see Fig. 3. Technical parameters: output power: approx. 30 kW, 20 kHz, operating vacuum: max. 1 Pa, centrifugal speed: 100 to 400 rpm, inert atmosphere: argon (4N6, 5N, 6N) max. quantity of charge: 2 kg Ti. Application: manufacture of precision castings made of special alloys under conditions of vacuum / protective atmosphere with reduced occurrence of pores and casting defects.

Equipment for induction melting and centrifugal casting of dental and titanium alloys, metals and other alloys up to the melting temperature of 2000 °C in vacuum or in protective argon atmosphere (producer Saturn Engineering, Bulgaria). Technical parameters: maximum melting temperature 2000 °C, atmosphere: vacuum / Ar, maximum quantity of charge: Ti - 80 g Pt - 200 g, centrifugal speed: 100 to 500 rpm. Application: manufacture of precision castings, casting of metals and alloys of defined composition (e.g. titanium alloys, nickel including their intermetallic compounds, alloys of precious metals, steel e.t.c.), castings for dental and jewellery applications, preparation of standard alloys for

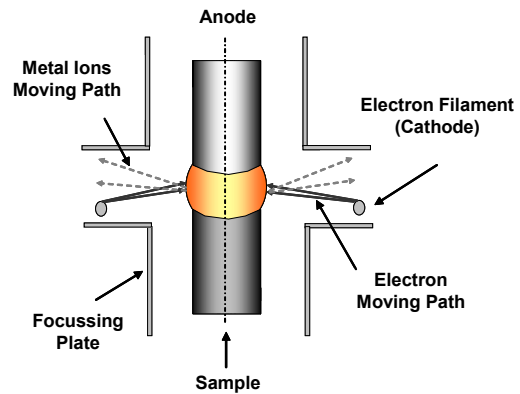


Fig. 1 Principle of the electron beam zone melting in high vacuum (floating zone method)

Obr. 1 Princíp elektronového zonálního tavení ve vysokém vakuu (metoda „floating zone“)

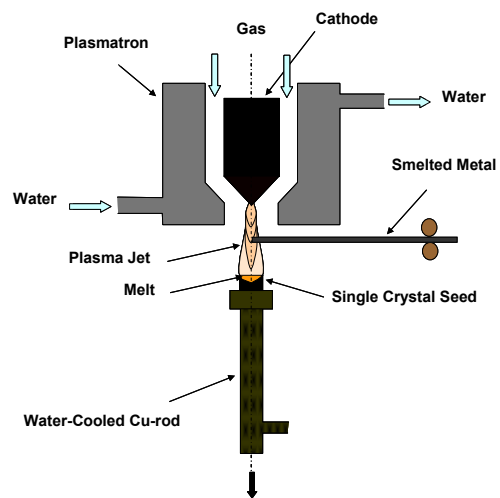


Fig. 2 Principle of the plasma furnace with the vertical crystallizer

Obr. 2 Princíp plazmové pece s vertikálním krystalizátorem



Fig. 3 Induction centrifugal casting unit (firm Linn, Germany) for casting of nickel and titanium alloys, super-alloys etc. (max. casting weight of Ti: 2 kg)

Obr. 3 Zařízení s indukčním ohřevem (firma Linn, Německo) pro odstředivé lití slitin Ni a Ti, superslitin atd.

analysis of chemical composition, design and production of models, surface finish of castings.

Equipment for directional solidification of metals and alloys (producer LINN, Germany). The equipment will be supplied in November 2012.

Equipment for division and processing of samples.

High-temperature vacuum furnace for annealing of metals and alloys up to the temperature of 2200 °C. (producer VacuumTech, s.r.o., Prague). The equipment will be supplied in November 2012.

High-temperature vacuum induction furnace with cold crucible (producer SECO-/WARWICK, Poland). The equipment will be supplied in March 2013.

Laboratory equipment for preparation of metallic single crystals by the Czochralski method. The equipment will be supplied in November 2013.

Plasma furnace with a vertical mould – Fig. 2. The equipment will be supplied in November 2013.

### Laboratory of materials with ultra fine-grained structure

The installed equipments make it possible to perform research and development activities focused on the forming of new metal alloys and preparation (production) of ultra fine-grained and nano-structured materials. These equipments are not available in the Czech Republic.

Equipment for preparation of ultra fine-grained, or nano-crystalline materials by method of High Pressure Torsion (HPT) – see Fig. 4. The equipment is used for production of ultra fine-grained materials by torsion under high pressure. Structure and properties of manufactured ultra fine-grained and nano-structured materials is further investigated by microstructural analysis, by TEM, SEM and by mechanical tests.

Hydraulic press with a nominal force of 3 MN for preparation of solid nano-crystalline and ultra fine-grained metallic materials by the ECAP technology– see Fig. 5. The initial material is processed by severe plastic deformation ( $\epsilon = 30$ ) in the temperature interval from -20 to 450 °C. Use of the equipment is at present oriented on preparation of ultra fine-grained titanium for production of ultra fine-grained structure for dental applications and for preparation of semi-products for knee and hip replacement.

Rotary forging machine is used for forming of metallic materials with reduced formability. The device makes it possible to perform hot processing of circular and rectangular blanks under protective atmosphere. Technical parameters enable processing of blanks in diameters ranging from 50 mm to 5 mm in the interval of forging temperatures from 800 to 1200 °C.

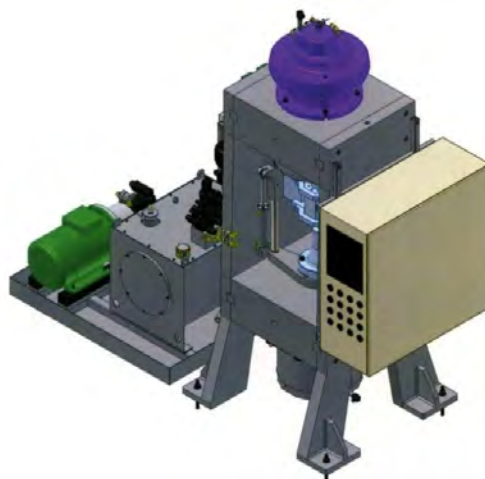


Fig. 4 Equipment for preparation of ultra fine-grained, or nano-crystalline materials by method of High Pressure Torsion (HPT)

Obr. 4 Zařízení pro přípravu ultrajemnozrných kovových materiálů metodou HPT

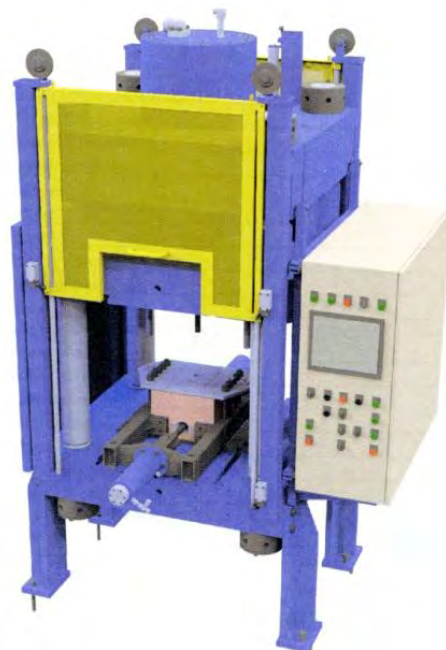


Fig. 5 Equipment for preparation of nano-crystalline and ultra fine-grained metallic materials by the ECAP technology

Obr. 5 Zařízení pro přípravu ultrajemnozrných a nanokrystalických materiálů technologií ECAP



Fig. 6 Rotary forging machine for forming of metallic materials with reduced formability

Obr. 6 Zařízení pro rotační kování materiálů se sníženou tvařitelností

Equipment for induction heating in inert atmospheres and sophisticated methods of heat treatment of metals and alloys. It is used both for heating of samples prior to their severe plastic deformation (SPD), at verification of the stability of structure in dependence on the temperature and heating time, as well as for the heating before heat treatment and for various methods of heat treatment. Equipment for heating and heat treatment is computer controlled and it works in an automatic mode. Software for mathematical simulation of evolution of properties and structure of ultra fine-grained and nano-structured materials. It is used for prediction of structure and properties of metallic materials in dependence on the magnitude, temperature and strain rate and the subsequent cooling from deformation temperatures.

Purchase of a set of tools for physical modelling of forging and extrusion by intense deformations, especially by CEC is under preparation. It is designed for application of laboratory experimental results to production practice. Purchase of a set of tools for application of nano-technologies based on ECAE method is also under preparation.

The above set of equipments for research, preparation and investigation of fine-grained materials and ensuing technologies is unique in the Czech Republic and it will be purposefully used mainly for special types of materials that cannot be prepared by normal procedures of conventional forming technologies, or by powder metallurgy. Narrow cooperation between individual departments and laboratories of RMSTC has been established within solution of this project.

## Conclusions

The article gives the basic information about the built Regional Materials Science and Technology Centre (RMSTC) at the VŠB - Technical University of Ostrava in terms of technical support, availability of laboratories and principal directions. At present numerous equipment and special measuring devices have already been installed, tested and are fully operational - see [1] <http://www.fimmi.vsb.cz/rmtvc/cs/>. R&D Activities of the Department of materials preparation are described in more detail, including technical equipments with various peak melting units. Crystals of various metals, their alloys or intermetallic compounds will be prepared here using the high-tech technologies that are unique in the Central Europe.

Activities with other bodies of RMSTC are oriented on technologies of severe forming (nano-technologies), on influence of forging technologies of non-ferrous metals on evolution of structure and on properties of final products, on new technologies for unique forging of forged products, on influence of heat treatment and thermo-mechanical forming on the properties of fine-grained materials and nano-materials. This collaboration is oriented on basic research, as well as on applied research.

### Acknowledgements

*This work is supported by the Ministry of Education, Youth and Sports, Czech Republic, the project of OP VaVpI „Regional Materials Science and Technology Centre” No. CZ.1.05/2.1.00/01.0040.*

### Literature

[1] <http://www.fimmi.vsb.cz/rmtvc/cs/>

---

## Modernizace širokopásové válcovny v USA

Nucor Steel to modernize CSP plant. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 8

Americká firma Nucor Steel objednala u německé firmy SMS Siemag modernizaci válcovny typu CSP\* v Barkley ve státě Jižní Karolína. Při přestavbě se zvětší maximální šířka válcovaných pásů z 1680 mm na 1880 mm a zároveň se sníží minimální válcovaná tloušťka. Přestavba bude ukončena v roce 2014. Půjde o zvětšení šířky odlévaných bram. Instaluje se nový krystalizátor a nový čtyřválcový oscilátor. Dále se instaluje nový ohýbací a vyrovnávací úsek. Zařízení pro plynulé odlévání oceli bude doplněno jednotkou pro redukci tekutého jádra (LCR3 - Liquid Core Reduction). Díky tomu bude možné odlévat tenčí bramy, u níž bude možné volit tloušťku v rozmezí 48 až 63 mm. Dále bude instalováno zařízení pro indukční přehřívání mezi pecemi a první stolicí. Konečně bude instalováno nové sedmistolicové válcovací pořadí.

LJ

## Mechanical Alloying of Ni<sub>3</sub>Al Based Alloy in Hydrogen

### Mechanické legování slitiny na bázi Ni<sub>3</sub>Al ve vodíku

doc. Dr. Ing. Monika Losertová, Ing. Jan Juřica, Ing. Petr Štěpán, Ing. Ivana Petrášová, Ing. Kateřina Konečná, Ing. Vlastimil Matějka, Ph.D., RMSTC, VŠB-Technical University of Ostrava

*Hydrogen effect on the nickel aluminide powder after mechanical alloying was studied. Mixture of Ni and Al elemental powder with the nominal composition corresponding to Ni<sub>75</sub>Al<sub>25</sub> (at.%) were milled in ball planetary mill under argon or hydrogen atmospheres. Mechanical alloying was performed with alloying time of 144 hours, milling speed of 220 rpm and ball-to-powder ratio 6:1. The first milling period was realized under argon and four others under hydrogen atmosphere. Milled samples were examined at different milling stages using a laser particle sizer, hydrogen determinator, scanning electron microscopy (SEM), EDS microanalysis and X-ray diffraction analysis to determine statistic distribution of powder particle size, hydrogen content, phase composition and crystallinity, respectively. Mean size after different periods of milling was dependent on the processes related to stages of mechanical alloying and it ranged from 135 to 96 μm. EDS microanalysis and X-ray diffraction analysis of the samples after different milling periods revealed that intermetallic alloys Ni<sub>3</sub>Al was formed during the first milling period under argon atmosphere. After a prolonged time of milling under hydrogen atmosphere the contamination of alloy by iron and chromium was found, which originated from the milling vial and balls. Content of hydrogen surprisingly decreased during prolonged time of mechanical alloying and it varied between 312 and 185 ppm. Content of oxygen was found increasing with time of milling and it reached 1.95 weight % after the last period. X-ray diffraction analysis proved decreasing crystallinity with milling time in hydrogen, no hydrides were detected.*

*Byl studován vliv vodíku na charakteristiky práškového Ni<sub>3</sub>Al připraveného mechanickým legováním. Směs elementárních prášků Ni (99,8%) a Al (99,7%) s nominálním složením odpovídajícím intermetalické sloučenině Ni<sub>75</sub>Al<sub>25</sub> (at.%) byla mleta v planetárním kulovém mlýnu Fritch Pulverisette 6 celkem 144 hodin, rychlostí 220 otáček za minutu a s poměrem hmotnosti mlecích koulí k hmotnosti vsázky (ball-to-powder ratio, BPR) 6:1. Mlecí nádoba byla vždy před naplněním ochrannou (Ar) nebo redukční atmosférou (H<sub>2</sub>) s tlakem 0,15 MPa evakuována pomocí rotační vývěvy. Mechanické legování bylo rozděleno do pěti etap, přičemž první etapa probíhala pod argonem po dobu 24 hodin a ostatní etapy v atmosféře vodíku, z nichž tři probíhaly vždy po dobu 24 hodin a poslední po dobu 48 hodin. Po každé etapě byl odebrán práškový vzorek, který byl podroben analýze statistického rozdělení velikosti částic na analyzátoru ANALYSETTE 22 COMPACT FRITSCH, měření obsahu vodíku pomocí analyzátoru LECO RH600, mikrostrukturní a fázové analýze pomocí RTG. analyzátoru Bruker D8 Advance vybaveného detektorem VANTEC 1 a skenovacího elektronového mikroskopu (SEM) JEOL JSM-6490LV vybaveného sondou EDS INCA X-ACT. Průměrná velikost částic po různých etapách mletí, určená laserovým analyzátozem částic, se pohybovala v rozmezí od 135 do 96 μm. Z výsledků měření nebylo možné určit výrazný pokles velikosti s rostoucí dobou mletí. Naopak z pozorování pomocí elektronové mikroskopie bylo možné stanovit, že velikost částic nezávisí na etapě mletí, ale na procesech probíhajících při mletí, a mění se tedy s časem tak, jak probíhá proces zplošťování částic, jejich štěpení, svařování za studena a dalšího štěpení. Morfologie práškového materiálu měla zpočátku charakter shluku malých částic a postupně přecházela na velké částice vzniklé svarem za studena. Fázový rozbor potvrdil, že intermetalická sloučenina Ni<sub>3</sub>Al vznikla během prvního mletí v argonu. Prodloužené doby mletí ve vodíku vedly ke snížení krystalinity a k vyšší kontaminaci prášku železem a chromem z mlecích součástí a mlecí nádoby. Obsah vodíku, který se pohyboval v rozmezí od 312 do 185 ppm, překvapivě klesal s rostoucí dobou mletí, zřejmě jako důsledek snížení uspořádanosti struktury. Naopak s dobou mletí rostl obsah kyslíku, pravděpodobně v důsledku oxidace při odběru vzorků mletých prášků z nádoby mezi jednotlivými etapami, přičemž po poslední etapě mletí dosahoval 1,95 hmotnostních %. Z výsledků bylo možné konstatovat účinek vodíku na štěpení částic během křehké fáze mletí a na snižování uspořádanosti struktury, neboli na amorfizaci struktury vodíkem.*

Intermetallic nickel aluminides, particularly Ni<sub>3</sub>Al ( $\gamma'$ ) based alloys, offer combination of good oxidation resistance and suitable mechanical characteristics at elevated temperatures, especially anomalous positive temperature dependence of the yield stress. However, structural applications are limited because of poor

ductility and fracture toughness at room temperature if Ni<sub>3</sub>Al is in stoichiometric and polycrystalline state. The ductility at room temperature is currently improved by alloying with boron or/and by modification of microstructure using directional solidification methods



[1]. Increased ductility was found in Ni<sub>3</sub>Al subjected to severe plastic deformation [2] and thus related to the induced nanocrystalline structure. Mechanical alloying (MA) forms one of the methods used for inducing nanocrystallization in metallic materials [3-5]. MA method as a non-equilibrium process is also successful tool for preparation of superstructure solid solution, metastable alloys or amorphous phases. MA could be also used for the synthesis of intermetallic compounds [6], especially in the case when large differences in melting points of components make it difficult to prepare intermetallic alloys by conventional processes.

Nanocrystalline Ni<sub>3</sub>Al was produced by many authors [7-11] using the mechanical alloying of mixed elemental Ni and Al. Through X-ray diffraction (XRD), EDS analysis, scanning (SEM) and transmission (TEM) microscopies it was found that the first hours of milling led to the formation of supersaturated Ni(Al) solid solution. Further milling provided transformation of the Ni(Al) solid solution into an ordered Ni<sub>3</sub>Al intermetallic compound with nanocrystalline structure. The authors in [7] reported that an adequately extended time of up to 120 h is needed to realize full transformation of Ni(Al) solid solution into an ordered Ni<sub>3</sub>Al intermetallic compound composed of fine nanograins of a size below 11 nm by ball milling.

As it has been reported earlier [12-14], nickel aluminides are susceptible to hydrogen embrittlement, which leads to degradation in fracture-related mechanical properties at room temperatures. On the other hand, due this deleterious effect the hydrogen could be successfully used as a temporary alloying element for the production of powder alloys, e.g. for titanium [15]. Unlike titanium and titanium alloys the nickel aluminides do not form hydrides, so alloyed hydrogen facilitates decrepitation and refining of microstructure through dissolved atoms and weakened atomic bonds.

The aim of the work was to explore the effect of hydrogen atmosphere during mechanical alloying on the size, morphology, crystallinity of the prepared Ni<sub>3</sub>Al powder alloy, as well as on the aptitude to retain hydrogen in the structure. The results obtained from this study could be considered as an important contribution to the several research topics, such as mechanical alloying of Ni<sub>3</sub>Al, hydrogen decrepitation of intermetallics, hydrogen induced amorphisation, etc. Mechanical alloying of Ni<sub>3</sub>Al powder under hydrogen atmosphere has not yet been studied.

## Experimental

The elemental powders of Ni (99.8%) and Al (99.7%) were mixed with the composition of Ni<sub>75</sub>Al<sub>25</sub> (at.%). The nickel, as well as aluminium starting powders, were of nodular shape and they ranged downward in size from the 400 to 120 mesh, respectively, with mean sizes of 12.46 μm and 73.88 μm for nickel and aluminium, respectively. The chemical composition of the starting

powders as given by the suppliers (Alfa Aesar for Ni and SUAL-PM for Al) is shown in Table 1.

Table 1 Content of impurities in Ni and Al powders (weight %)  
Tab. 1 Obsah nečistot v práškovém Ni a Al (hmotn.%)/NA - neudáno/

Element	C	O	Fe	S	Si
Ni	0.061	0.063	0.003	0.0002	
Al		NA	0.08		0.1

Mechanical alloying was performed in the hardened Cr-steel vial (500 ml) with Cr-steel balls (30 mm in diameter) using planetary ball mill Pulverisette 6 under argon or hydrogen atmospheres at room temperature with parameters summarized in Table 2. Powder charge with total weight of 91.24 g was alloyed during total milling time of 144 hours with milling speed of 220 rpm and BPR of 6:1. Before charging with argon or hydrogen gas (0.15 MPa), the vial was evacuated by rotary pump. At first the powder mixture was milled in argon, while hydrogen atmosphere was used since the second milling period.

The samples were taken from steel vial at selected time intervals and they were characterized by microstructure investigations. The particle size of powder alloy and its statistic distribution were determined using the laser particle sizer ANALYSETTE 22 COMPACT FRITSCHE. Hydrogen content was measured by means of hydrogen determinator LECO RH600. Phase and microstructure analysis were performed using the scanning electron microscope (SEM) JEOL JSM-6490LV equipped with EDS INCA X-ACT probe to determine particle morphology and phase composition of the milled alloys. The XRD patterns of the friction surfaces were recorded under CoK $\alpha$  irradiation ( $\lambda=1.789$  nm) using the Bruker D8 Advance diffractometer equipped with the fast position sensitive detector VANTEC 1. The measurements were carried out in the reflection mode. Phase composition was evaluated using the PDF-2 Release of the 2004 database (International Centre for Diffraction Data).

Table 2 Parameters of mechanical alloying of Ni<sub>3</sub>Al  
Tab. 2 Parametry mechanického legování Ni<sub>3</sub>Al

Weight of starting powder (g)	91.24				
BPR	6:1				
Rate of milling (rpm)	220				
Total time of milling (hours)	144				
Periods of milling (hours)/ambient	24/Ar	24/H <sub>2</sub>	24/H <sub>2</sub>	24/H <sub>2</sub>	48/H <sub>2</sub>

## Results and discussion

Particle size of Ni<sub>3</sub>Al powder was measured after all periods of milling and the average values of three measurements are summarized in Table 3. Average particle sizes plotted in the graph of Fig. 1 show no evident dependence on number of milling periods.

Table 3 Results of measurement of hydrogen content and particle size  
Tab. 3 Výsledky měření obsahu vodíku a velikosti částic

Period of milling time	1	2	3	4	5
Time of milling ( $\Sigma$ 144 h)	24	24	24	24	48
Atmosphere of milling	Ar	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>
Hydrogen content (ppm)	312 $\pm$ 76	217 $\pm$ 3	243 $\pm$ 71	204 $\pm$ 73	185 $\pm$ 8
Average particle size ( $\mu$ m)	129 $\pm$ 47	134 $\pm$ 48	94 $\pm$ 43	133 $\pm$ 47	118 $\pm$ 44

Recently, authors [8, 9, 11] reported that MA of the Ni-Al system first resulted in a Ni(Al) solid solution, which transformed to the disordered Ni<sub>3</sub>Al intermetallic compound at further milling. However, MA of Ni<sub>3</sub>Al powder under hydrogen has not yet been studied, so it was most desirable to realize the phase, hydrogen and XRD analysis before making some conclusions about processes and transformations during milling of Ni<sub>3</sub>Al.

Hydrogen content in Ni<sub>3</sub>Al powder was always measured two times after each milling period and the average values are presented in Table 3. As mentioned above it was considered that hydrogen atoms were dissolved in Ni<sub>3</sub>Al particles and they promoted their breaking during continued milling. An interesting finding shows that unlike the first milling under Ar protective gas the hydrogen content dropped after the second period independently of milling atmosphere, as seen in Fig. 2. Moderate drop in hydrogen amount could be considered as being in relation with disordering of the milled powder material. After the third milling period the hydrogen concentration increased to 243 ppm. The hydrogen contents then showed a decreasing tendency.

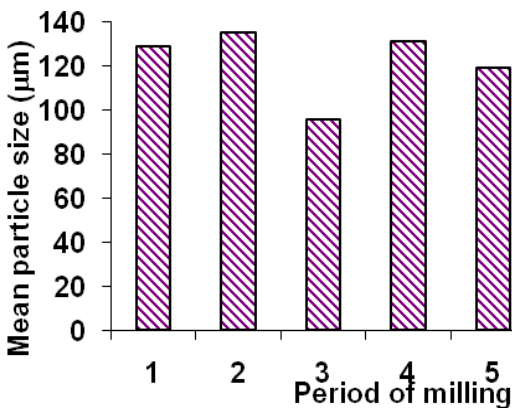


Fig. 1 Mean particle size of mechanically alloyed Ni<sub>3</sub>Al after different periods of milling  
Obr. 1 Průměrná velikost částic mechanicky legovaného Ni<sub>3</sub>Al po různých etapách mletí

In accordance with the assumption that L1<sub>2</sub> superstructure of the ordered Ni<sub>3</sub>Al is a closed-packed lattice, in which hydrogen atoms are preferentially located at two possible octahedral sites and surrounded by six Ni or four Ni and two Al atoms, it could be assumed that hydrogen concentration is decreasing with time of milling as the ordered structure is passing to a disordered one. Anyhow, hydrogen atoms produce embrittlement of bulk ordered Ni<sub>3</sub>Al, so the same effect on modification of fracture mode during breaking stage

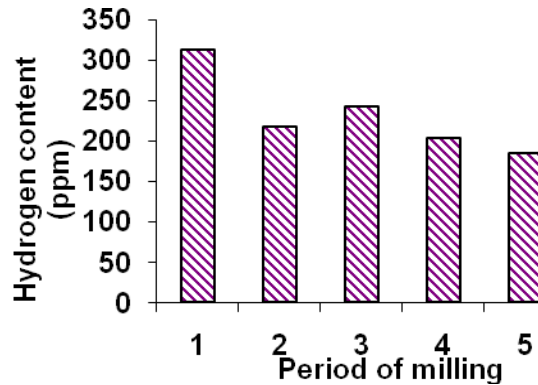


Fig. 2 Contents of hydrogen determined in Ni<sub>3</sub>Al powder samples after different periods of milling  
Obr. 2 Obsahy vodíku v práškových vzorcích Ni<sub>3</sub>Al po různých etapách mletí

of milling and on brittle fracturing of milled particles could be expected.

Table 4 summarizes the average values of EDS microanalysis measurement. The results show an important contamination by Cr and Fe from steel vial and balls as a result of ball impacts. Moreover, with time of milling the content of Fe is increasing. Also, some content of oxygen was found in the milled alloys and it reached 1.95 weight %. Particles of the input Al powder are oxidized, however, it is satisfactory that after the first milling under hydrogen atmosphere the oxygen amount was reduced. Follow-up increasing amount of oxygen could be explained by an exothermic reaction of Al atoms with air after opening the vial in order to take the experimental samples. Oxidation reaction would be certainly affected by free surface size of particles, or by the stage of ordering - disordering process.

Fig. 3 shows XRD patterns of powders obtained after five different milling periods. At the first period (after 24 hours of milling), diffraction peaks are sharp and they indicate that intermetallic compound was formed at an early stage of mechanical alloying. The appearance of the smaller and broad diffraction maxima in the samples mechanically alloyed during another periods under hydrogen atmosphere indicates that the hydrogenated alloy was partially amorphised. The decreasing crystallinity with milling time in hydrogen suggests that chemical disordering plays an important role in hydrogen induced amorphisation (HIA). No hydrides were detected by the XRD analysis.

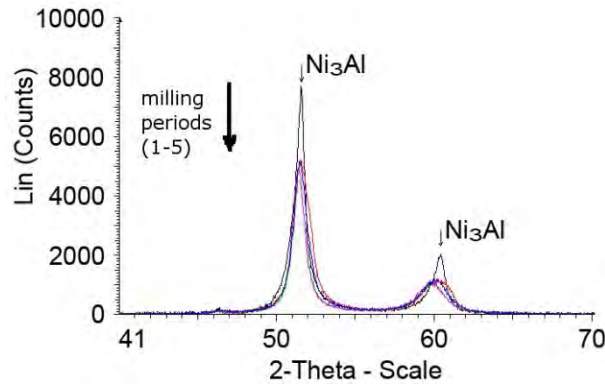


Fig. 3 XRD patterns of the  $Ni_3Al$  powders after different milling periods  
Obr. 3 RTG. difrakční záznam práškového  $Ni_3Al$  po různých etapách mletí

Table 4 Results of EDS microanalysis of the milled  $Ni_3Al$  powders (weight %)  
Tab. 4 Výsledky EDS mikroanalýzy mletého prášku  $Ni_3Al$  (hmotn.%)

alloy	total time of milling (h)	Ni (wt. %)	Al (wt. %)	Cr (wt. %)	Fe (wt. %)	O (wt. %)
$Ni_3Al$	24 (in Ar)	86.02	10.88	-	-	1.10
	48 (24 h in $H_2$ )	84.83	13.96	-	0.50	0.72
	72 (48 h in $H_2$ )	86.34	12.05	-	0.72	0.89
	96 (72 h in $H_2$ )	84.54	13.60	-	0.86	0.99
	144 (120 h in $H_2$ )	82.40	14.07	0.26	1.49	1.95

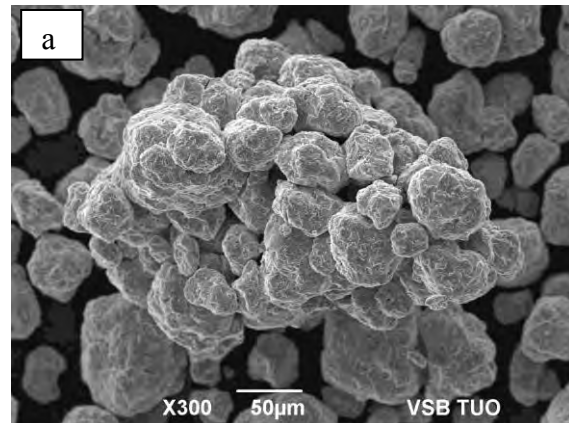
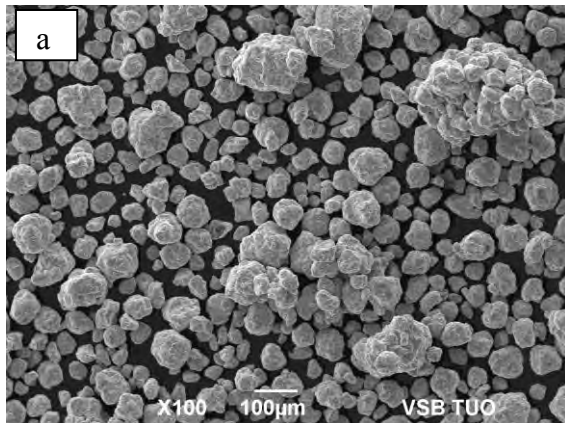


Fig. 4 SEM morphology of  $Ni_3Al$  powder with different size of milled and mechanically alloyed particles a) after 24 hours of milling (in Ar) and b) after 72 hours of milling (24 h in Ar and 48 h in  $H_2$ )

Obr. 4 SEM morfologie práškového  $Ni_3Al$  s různou velikostí mletých a mechanicky legovaných částic a) po 24 hodinách mletí (v Ar) a b) po 72 hodinách mletí (24 h v Ar a 48 h ve vodíku)

Fig. 5 SEM morphology of  $Ni_3Al$  with details of a) aggregate of small particles after 72 hours of milling and b) brittle fracture of large particle formed by cold-welding after 144 hours of milling.

Obr. 5 SEM morfologie  $Ni_3Al$  s detailem a) shluku malých částic po mletí 72 hodin a b) křehkého lomu velké částice vzniklé svarem za studena po 144 hodinách mletí.

The SEM micrographs of the milled alloy are shown in Figs. 4 and 5. Comparison of morphology and size of particles (Table 3) after the first (24 hours) and the last period (144 hours in total) of milling showed that there was no evidence of important size reduction. However, the size of particles seems to decrease after 72 hours. Based on the SEM observation the great sizes in statistic distribution and bigger size of the alloyed particles were caused by formation of aggregates or cold-welded particles. Micrographs in Fig. 5 compare typical agglomeration after 72 hours (Fig. 5 a) and fracturing of cold-welded particles after 144 hours (Fig. 5 b). The fourth period of milling led to the particle size larger by 41 % as compared to that after the third period. Generally, the soft particles are at the early stages flattened and fractured, then cold-welded, re-fractured and re-welded. So the particle size seems to increase and be of broad range. Thus the values of the particle size measured by the laser particle analyser are more or less of informative character and the SEM observations are always needed for more objective evaluation.

## Conclusions

Mixtures of elemental Ni and Al powders of nominal composition of Ni<sub>75</sub>Al<sub>25</sub> were mechanically alloyed in a planetary ball mill under argon or hydrogen atmospheres. Influence of hydrogen on morphology and composition of the milled particles were studied.

The average particle size after different periods of milling ranged from 134 to 94 μm and it was essentially independent on the period of milling, it changed only with time as processes of flattening, fracturing, cold-welding and re-fracturing proceeded. The SEM observation suitably completed the particle size analysis. The morphology of mechanically alloyed Ni<sub>3</sub>Al powder was observed to change from aggregates of small particles to large cold-welded ones. EDS microanalysis and XRD analysis of the samples after different milling periods revealed that intermetallic alloy Ni<sub>3</sub>Al was formed during the first milling period under Ar atmosphere. Prolonged time of milling led to an increasing contamination of Ni<sub>3</sub>Al from the milling media and vial. The content of oxygen increased with milling time and it reached 1.95 weight % after the last period.

The content of hydrogen surprisingly decreased during the increasing time of mechanical alloying and it varied between 312 and 185 ppm. The effect of hydrogen could be expected at modification of the fracture mode

during the breaking stage of milling. The XRD analysis proved the decreasing crystallinity with milling time in hydrogen, no hydrides were detected.

### Acknowledgement

*This work was supported by the project No. CZ.1.05/2.1.00/01.0040, entitled "Regional Materials Science and Technology Centre" within the frame of the Operational Programme Research and Development for innovations financed by the Structural Funds and co-financed by the Ministry of Education, Youth and Sports of the Czech Republic.*

### Literature

- [1] WESTBROOK J.H., FLEISCHER R.L. *Intermetallic Compounds. Principles and Practice, volume 2*, New York, 1995, p.17-53.
- [2] MUKHOPADHYAY D.K., SURYANARAYANA C., FROES F.H., YOLTON, C.F. In: *Mechanical alloying for structural applications*, Materials Park, OH: ASM International, 1993, p.31-138.
- [3] ANVARI S.Z., KARIMZADEH F., ENAYATI M.H. *J. Alloys Compd.*, 477, 2009, p.178-181.
- [4] ENAYATI M.H., KARIMZADEH F., ANVARI S.Z. *J. Mater. Process Technol.*, 200, 2008, p.312-315.
- [5] MENG J., JIA CH., HE Q. *J. Alloys Compd.*, 421, 2006, p. 200-203
- [6] SURYANARAYANA C. *Mechanical alloying and milling. Progress in Materials Science*, 2001, 46, p.1-184.
- [7] YU Y., ZHOU J., CHEN J., ZHOU H., GUO CH., GUO B. *J. Alloys Compd.*, 498, 2010, p.107-112
- [8] KRASNOWSKI M., ANTOLAK A., KULIK T. *J. Alloys Compd.*, 434-435, 2007, p.344-347
- [9] NAZARIAN-SAMANI M., SHOKUH FAR A., KAMALI A.R., HADI M. *J. Alloys Compd.*, 500, 2010, p.30-33
- [10] D'ANGELO L., GONZÁLEZ G., OCHOA J. *J. Alloys Compd.*, 434-435, 2007, p.348-353
- [11] ENAYATI M.H., SADEGHIAN Z., SALEHI M., SAIDI A. *Mat. Sci.Eng.*, A 375-377, 2004, p.809-811
- [12] GEORGE E.P., LIU C.T., POPE D.P. *Scripta Metall. Mater.*, 28, 7, 1993, p.857.
- [13] WANG F-H., SHANG J-X., LI J-M., WANG CH-Y. *Intermetallics*, 8, 2000, p.589.
- [14] LOSERTOVÁ M., GEMPERLOVÁ J., GEMPERLE A. *J. Alloys Compd.*, 378, 1-2, 2004, p.279-284.
- [15] AZEVEDO R.F., RODRIGUES D., BENEDUCE NETO F. *J. Alloys Compd.*, 353, 2003, p.217-227

## Structural and Phase Analysis of Ni-Al-B Based Alloys

### Strukturní a fázová analýza Ni-Al-B slitin

Ing. Jitka Malcharcziková, Ph.D., Ing. Martin Pohludka, Ing. Vlastimil Matějka, Ph.D., prof. Ing. Miroslav Kursa, CSc., Ing. František Filuš, RMSTC, VŠB-Technical University of Ostrava

*This paper presents an analysis of chemical and phase composition of Ni<sub>3</sub>Al based alloys alloyed by boron. Foundry alloy was alloyed by boron and its nominal composition was Ni-22Al-0.24B and Ni-22Al-1B at. %. Foundry alloy was prepared by method of vacuum induction casting; it was melted in a corundum crucible and cast into a graphite mould. The rods manufactured in this way were directionally solidified (DS) by Bridgman's method in corundum tubes with a specific angle. Directional solidification was realised in a two-zone crystallisation furnace. Rate of directional solidification ( $r_{DS}$ ) was 20, 50 and 70 mm/h. Chemical composition was determined by method of optical emission spectrometry. Structure of alloys was studied by optical and electron microscopy. Structure of the alloys is formed mainly by the phase Ni<sub>3</sub>Al and by solid solution of nickel. The phase Ni<sub>3</sub>Al and solid solution of nickel form in the alloys of this type the so called network structure. Determination of boron in alloys is very difficult and it is impossible to determine boron distribution in individual phases by usual methods. The X-ray diffraction analysis was used for determination of boron in the prepared alloys. Two types of samples were used for the phase analysis. The samples in both powder and compact state were analysed. In the alloys Ni-22Al-0.24B and Ni-22Al-1B in powder form only the phase Ni<sub>3</sub>Al was identified. It is evident that the rate of directional solidification does not influence significantly the phase composition of the samples. It influences morphology and share of network structure, which affects very favourably mechanical properties of the alloys.*

*V tomto příspěvku je analyzováno chemické a fázové složení slitin na bázi Ni<sub>3</sub>Al legovaných borem. Slitiny byly legovány borem a jejich nominální složení bylo Ni-22Al-0.24B a Ni-22Al-1B at. %. Předslitiny byly připraveny metodou vakuového indukčního lití, taveny v korundovém kelímku a odlity do grafitové kokily. Takto připravené tyče byly směrově krystalizovány (DS) Bridgmanovou metodou v korundových trubiciích se specifikovaným úhlem. Směrová krystalizace byla provedena ve dvouzónové krystalizační peci. Rychlost krystalizace ( $r_{DS}$ ) byla 20, 50 a 70 mm/h. Chemické složení bylo stanoveno metodou optické emisní spektrometrie. Struktura slitin byla pozorována optickou a elektronovou mikroskopií. Struktura slitin je tvořena převážně fází Ni<sub>3</sub>Al a tuhým roztokem niklu. Obě tyto strukturální složky vytvářejí ve slitinách tohoto typu síťoví. Stanovení boru ve slitinách je velmi obtížné a běžnými metodami nelze jeho rozložení v jednotlivých fázích určit. Pro stanovení boru v připravených slitinách byla použita rentgenová difrakční analýza. Fázová analýza byla provedena u 2 typů vzorků: v práškovém a kompaktním stavu. U slitin Ni-22Al-0.24B a Ni-22Al-1B ve formě prášku byla identifikována pouze fáze Ni<sub>3</sub>Al. Je patrné, že rychlost směrové krystalizace neovlivňuje výrazně fázové složení vzorků. Ovlivněna je morfologie a podíl síťoví, které velmi příznivě ovlivňuje mechanické vlastnosti slitin.*

This type of material is highly perspective particularly for use as high temperature structural. Ni-based super-alloys are commonly used for these purposes as their properties approach those of Ni<sub>3</sub>Al based alloys with hypo-stoichiometric composition. Nickel super-alloys are also solidified in order to enhance their properties [1-2]. Ni-Al based inter-metallic compounds can substitute nickel super-alloys used as high-temperature structure materials. The chemistry of aluminides is much simpler than superalloys. Apart from their oxidation and carburization resistances, aluminides possess lower densities, high-melting points, and exhibit interesting mechanical properties due to their ordered crystal structures [3]. Practical applications of these materials are so far severely limited by their considerable brittleness. This brittleness is not their intrinsic characteristic, because single crystals are ductile. Instead, the important difference truly

seems to be the Ni:Al ratio. When the grain boundaries are free from Ni-enrichment, the polycrystal is brittle [4]. Brittleness of polycrystalline Ni<sub>3</sub>Al at room temperature inhibited its usage in industry in past. The brittleness is caused by air moisture which weakens the grain boundaries by accumulation of atomic hydrogen. The brittleness can be reduced by boron alloying of these alloys. Boron protects from a hydrogen placement along grain boundaries and it cohesively strengthens them. Ni-24Al-0.24B alloy (at. %) achieves the best mechanical properties [5].

### 1. Experimental part

Foundry alloy was alloyed with boron and its nominal composition was Ni-22Al-0.24B and Ni-22Al-1B at. %. Foundry alloy was prepared by method of vacuum induction casting, it was melted in a corundum crucible

and cast into a graphite mould. The rods manufactured in this way were directionally solidified (DS) by Bridgman's method in corundum tubes with a specific angle. Directional solidification was realised in a two-zone crystallisation furnace. Rate of directional solidification ( $r_{DS}$ ) was 20, 50 and 70 mm/h. Figure 1 shows the rods after directional solidification.



Fig. 1 Rods after directional solidification  
Obr. 1 Tyče po směrové krystalizaci

The samples prepared in this manner were used for determination of mechanical and structural characteristics. Parts of the samples were taken from their starting parts for metallographic investigation of structure. Central parts were machined to test-piece for tensile tests. The end parts and the remainders from machining were used for preparation of the samples for the phase analysis. Layout of division of the samples is given in Fig. 2. Chemical composition of the samples was determined by the method of optical emission spectrometry on the spectrometer SPECTROMAXx. Analysis of chemical composition was performed approximately at the places marked as A and B in Fig. 2. It was established that chemical composition of the prepared alloys corresponds to the nominal composition on both analysed surfaces.

This finding is favourable from the perspective of the samples homogeneity and possibility of their use for next analyses.

## 2. Phase analysis

Determination of boron in the alloys is very difficult and it is impossible to determine distribution of boron in

individual phases by usual methods. The X-ray diffraction analysis was used for determination of boron in the prepared alloys, namely the X-ray powder diffractometer BRUKER D8 ADVANCE, equipped with the detector VANTEC, which makes it possible to rotate the samples. The measuring range was within  $20-90^\circ 2\theta$ .

Two types of samples were used for the phase analysis (Fig. 2). First the powder samples were analysed. The powder was taken at machining of the samples to test bars and it was modified to the required state. Next the compact samples were also analysed. These samples were taken from the end part of the directionally solidified samples. The analysed material was ground and polished. Thus prepared surfaces were used for phase analysis of the alloys by diffraction analysis, including determination of occurrence of boride phases.

In the powder sample of Ni-22Al-0.24B the phased  $Ni_3Al$  was identified. Fig. 3 shows the diffraction spectrum of this alloy. It is evident that the rate of directional solidification does not influence significantly the phase composition of the samples. In the samples prepared at the rates of 20, 50 and 70 mm/h the same phase composition was identified. The quantitative difference is not too big. Diffraction spectrum of the powder sample of Ni-22Al-1B was practically identical with the previous sample. Here too, no significant influence of directional solidification on phase composition of the samples was found. The obtained results correspond partly to the expected composition of the alloys predicted according to the ternary diagram presented in Fig. 4 [6]. According to this diagram the alloys should contain mainly the inter-metallic phase  $Ni_3Al$  and small share of solid solution of nickel (Ni). In our case the phase (Ni), or the phase containing boron were not determined by this method unequivocally. The resulting diffraction spectrum shown in Fig. 3 is in very good agreement with the diffraction spectra given in literature [7], which were based on analyses of the alloys  $Ni_3Al + 0.26 B$  (at.%). According to the analysis the alloys is formed only by the phase  $Ni_3Al$ , no boron containing phases were identified. Identification of boron containing phases is very complicated in the alloys with small boron content.

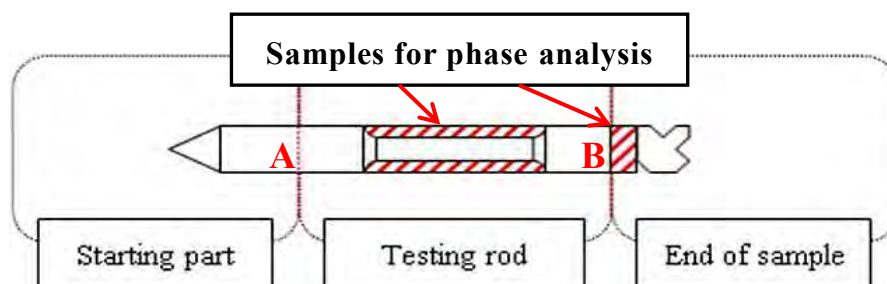


Fig. 2 Sketch – places of measurement and taking of samples  
Obr. 2 Náskres –místa měření a odběru vzorků

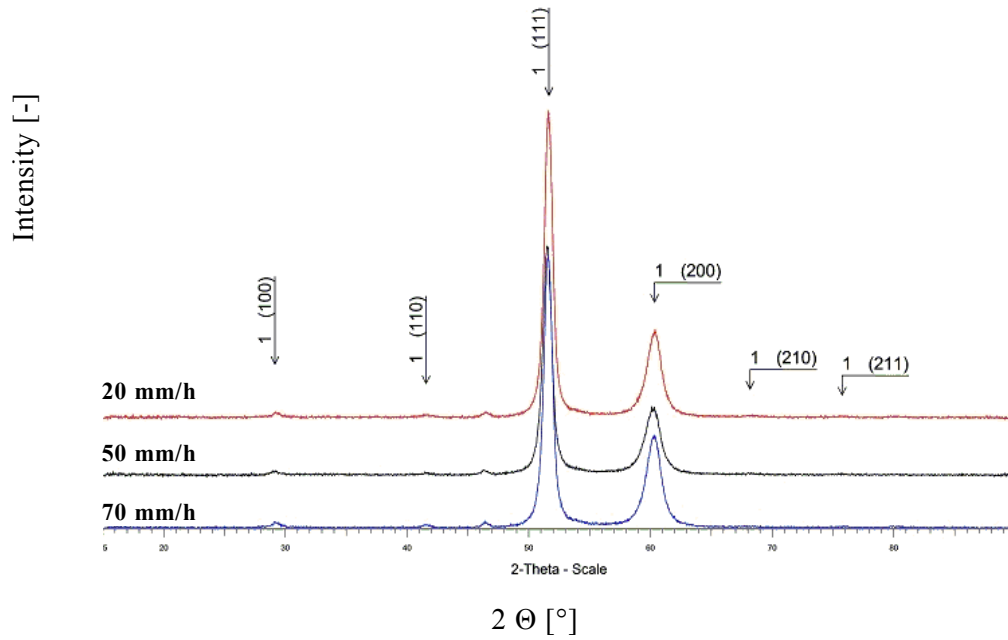


Fig. 3 Diffraction pattern of the sample Ni-22Al-0.24B  
Obr. 3 Difrakční spektra vzorku Ni-22Al-0.24B

In the compact samples no good results were obtained since the samples were taken from the end part of the sample, in which chemical inhomogeneity may occur. Analyses of powder samples better express the overall phase composition of the alloys.

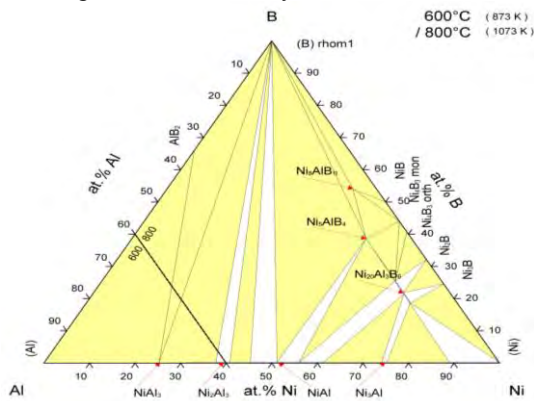


Fig. 4 Ternary diagram Ni-Al-B  
Obr. 4 Ternární diagram Ni-Al-B

### 3. Structural analysis

Cross-sections and longitudinal sections were taken from the samples for evaluation of structural and micro-structural characteristics of the alloys. Grains in bars are unequivocally oriented in direction of heat removal. Composition analysis by the scanning electron microscope JEOL JSM – 6490LV using the probe EDS INCA X – ACT detected that grain composition corresponded to the  $Ni_3Al$  phase while networks contained two-phase structure –  $Ni_3Al + (Ni)$  phases. Composition analysis of boron eutectic has not been performed yet because of low sensibility of the used device.

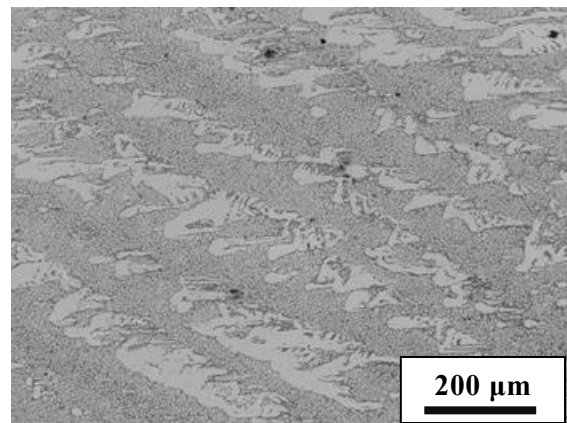


Fig. 5 Sample Ni-22Al-0.24B, 20 mm/h, microstructure  
Obr. 5 Vzorek Ni-22Al-0,24B, 20 mm/h, mikrostruktura

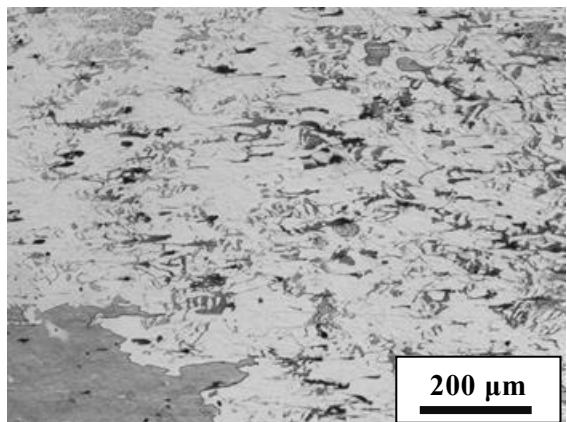


Fig. 6 Sample Ni-22Al-1B, 20 mm/h, microstructure  
Obr. 6 Vzorek Ni-22Al-1B, 20 mm/h, mikrostruktura

Fig. 5 shows structure of the alloy Ni-22Al-0.24B. We assume that the structure is formed predominantly by the phase  $Ni_3Al$  (bright areas) and by solid solution

of nickel (dark lines). Fig. 6 shows structure of the alloy Ni-22Al-1B. This alloy contains higher content of boron and its structure differs from that of the alloy Ni-22Al-0.24B, the structure of which is very similar to sub-stoichiometric alloys Ni-22Al. In this case more areas are present, which correspond to the solid solution of nickel. These areas have the form not only of network, but also of larger formations.

#### 4. Conclusions

Structure of the alloys is formed predominantly by the phase  $Ni_3Al$  and by solid solution of nickel. Determination of boron in the alloys is very difficult and it is impossible to determine boron distribution in individual phases by usual methods. The X-ray diffraction analysis was used for determination of boron in the prepared alloys. In the alloys Ni-22Al-0.24B and Ni-22Al-1B in the form of powder only the phase  $Ni_3Al$  was identified by this method. Existence of the solid solution of nickel (Ni) or of its phases rich in boron was not confirmed. It is obvious that the rate of directional solidification do not influence significantly the phase composition of the samples. It follows from the structural analysis that the structure is formed mainly by the phase  $Ni_3Al$  and by solid solution of nickel. It was impossible to establish the distribution of boron in structure of the Ni-Al-B based alloys by the methods used.

#### Acknowledgement

*The presented results were obtained within the frame of solution of the project CZ.1.05/2.1.00/01.0040 "Regional materials science and technology centre" and SV60622A1/2101 "Specific research in metallurgical, material and process engineering".*

#### Literature

- [1] CHEN, G.S. et al. Growth of nickel-base superalloy bicrystals by the seeding technique with a modified Bridgman method. *Journal of Crystal Growth*, 1997, No.179, pp. 635-646.
- [2] CUTLER, E.R., WASSON, A.J., FUCHS, G.E. Effect of minor alloying additions on the solidification of single-crystal Ni-base superalloys. *Journal of Crystal Growth*, 2009, No. 311, pp. 3753-3760.
- [3] DEEVI, S. C., SIKKA, V. K. Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing and applications. *Intermetallics*.1996, Vol. 4, No. 5, pp. 357-375.
- [4] SCHULSON, E.M., XU Y. On the ductility of  $Ni_3Al$ : Effects of strain rate, environment and boron. *Acta Materialia*, 1997, No. 45, pp. 3491-3494.
- [5] JIATING, G. et al. *Materials Science and Engineering*, 120, A152 (1992).
- [6] *Ternary diagram Ni-Al-B*, ASM International, 2006, diagram No. 950837. Available from the URL<<http://www1.asminternational.org>>.Not freely accessible.
- [7] HYJEK,P., SULIMAI., WIERZBINSKI, S. Ductilization of  $Ni_3Al$  by alloying with boron and zirconium. *Archives of Materials Science and Engineering*, 2009, No. 2, pp. 69-74.

---

### Výstavba válcovny za studena v Bangladéši

Abdul Khair orders two-strand cold rolling mill. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 10

Bangladéšská firma Abul Khair objednala u německé firmy SMS Siemag kompaktní dvoustolicovou válcovnu za studena pro svůj závod Chittagong (CCM - Cold Compact Mill). Válcovna je navržena pro výrobu ultratenkých pásů s roční kapacitou 185 000 t. Trať CCM je reverzní dvoustolicový blok tvořený dvěma stolicemi, každá má 6 válců, využívá se technologie CVC plus. Bude se využívat k válcování pásů o šířce až 1250 mm při výchozí tloušťce 4,0 mm. Minimální konečná tloušťka je 0,1 mm.

LJ



# ekologie, recyklace, druhotné zpracování materiálu

## Gaseous Products of Friction Processes in Automotive Brake Systems

### Plynné produkty třecích procesů v brzdových systémech automobilů

Ing. Věroslava Pěkníková, doc. Ing. Vladimír Tomášek, CSc., Ing. Miroslav Vaculík, doc. Ing. Daniela Plachá, Ph.D., Ing. Matěj Dvořáček, RMSTC, VŠB-Technical University of Ostrava

*The aim of the work was to monitor the formation of gaseous products of frictional processes in automotive brake systems. Tests were performed with two types of brake linings from ordinary production. Samples of gases emitted during the friction were removed from the equipment for testing the brake linings. Samples were analyzed by gas chromatography with flame ionization detector. The obtained results were compared with the results of analyzes of the gaseous products of thermal decomposition of samples of brake linings at defined temperatures in the tube furnace. The analysis of the gaseous products of thermal decomposition was also performed with a flow analyzer for the determination of organic substances, CO<sub>2</sub>, CO, SO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub>. Results proved particularly creation of CO<sub>2</sub>. In addition, lower concentrations of CO, SO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub> and light hydrocarbons were also found. As mentioned above, light hydrocarbons (C<sub>1</sub> to C<sub>4</sub>) and also a relatively high concentration of benzene were found. The amount of released gases varies considerably in two investigated linings. Creation of gaseous products during the friction can be evidently significantly affected by composition of a friction composite.*

*Cílem práce bylo sledovat tvorbu plynných produktů třecího procesu v brzdových systémech automobilů. Zkoušky byly provedeny se dvěma typy brzdových obložení z běžné produkce. Analýza chemického složení zkoumaných vzorků byla provedena kombinací metod XRF a ICP po rozkladu vzorků v lučavce královské. Stanovení celkového obsahu uhlíku bylo provedeno infračerveným analyzátozem po tepelném rozkladu vzorku. Vzorky plynů uvolňovaných při tření byly odebírány z laboratorního zařízení pro testování brzdových obložení. Vzorky byly analyzovány metodou plynové chromatografie s plamenoionizačním detektorem. Získané výsledky byly porovnány s výsledky analýz plynných produktů tepelného rozkladu zkoumaných vzorků brzdových obložení při definované teplotě v trubkové peci. Vzorky byly zahřívány na teploty 200, 300, 400, 500 a 600 °C. Plynné vzorky byly odebírány do skleněné vzorkovnice s uzavřeným objemem a přímo analyzovány. Dále byly odebírány vzorky pomocí sorpčních trubiček s aktivním uhlím, zachycené organické látky byly analyzovány po extrakci sirouhlikiem. Analýza plynných produktů tepelného rozkladu byla rovněž provedena průtokovým analyzátozem AFRISO vybaveným plamenoionizačním detektorem pro analýzu organických látek a infračerveným detektorem pro stanovení CO<sub>2</sub>, CO, SO<sub>2</sub> a NO<sub>x</sub>. Výsledky analýz plynných produktů třecího procesu v brzdových systémech automobilů prokázaly zejména tvorbu CO<sub>2</sub>. Dále byly nalezeny nižší koncentrace CO, SO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub> a organických látek. Byla identifikována řada lehkých uhlovodíků (methan, ethan, ethen, ethyn, propan, propen, iso-butan). V odebraných vzorcích plynů byla nalezena také poměrně vysoká koncentrace benzenu. Množství uvolňovaných plynů se u zkoumaných dvou obložení značně liší. Lze tedy konstatovat, že tvorbu plynných zplodin při tření lze výrazně ovlivnit složením frikčního kompozitu.*

Friction composite materials (FCM) used in car brake systems contain a lot of components with various chemical properties and textures. They usually consist

of more than twenty constituents typically bounded by various modification of phenolic resin matrix. Brake linings rank among FCM and they usually contain four

classes of ingredients. Binders (cresol or phenol formaldehyde resins), which are reinforced by fiber materials (mineral, organic, metal fibers); calcite, dolomite, barite, vermiculite and other components are used as space fillers to cut down the costs. Materials affecting the friction coefficient (zirconium oxide, zircon, aluminium oxide silicon carbide, quartz and others) are used as abrasive additives, whereas graphite and antimony sulphide are used as solid lubricants. The frictional coefficient of brake linings decreases due to high temperatures. In order to prevent this decrease small copper or brass flakes or powder are added, which divert the heat from the brake lining material [1, 2, 3]. Braking is accompanied by an escape of variety products of frictional process that can represent risk for human health. As is well known the use of asbestos has been prohibited because of health implications, however, it is not clear what impact the currently used materials have [4].

In the past, attention was paid mainly to solid products of frictional process, part of them settled in the vicinity of the road and another part is spread over long distances in the form of aerosols [4, 5, 6, 7]. During the friction process various chemical reactions can cause the modification of a friction composite and the formation of gaseous products [8, 9]. The issue of formation of gaseous products is not given sufficient attention. The article will outline sampling and analysing of gaseous products generated by the frictional process.

## 1. Experimental, technique and methods

Chemical composition of brake linings used for measurements were analyzed by different methods. Most of the elements were determined by an X-ray Fluorescence Spectrometry (XRFS), (SPECTRO XEPOS). Atomic Emission Spectrometry Inductively Coupled Plasma (ICP), (SPECTRO Vision EOP), was used for determination of metallic components of brake linings after partial decomposition of samples in aqua regia (mixture of nitric acid and hydrochloric acid in the volume ratio 1:3). The yield of decomposition was verified by analyzing the reference materials of copper and its alloys (brass, bronze). Method of CO<sub>2</sub> determination by infrared spectrometry (IR) was used for determination of total carbon content using the Multi N/C 3100 analyzer with HT 1300 Solids module (Analytik Jena). Release of carbon dioxide occurred after thermal decomposition of the sample. Phase composition of studied samples was determined using an X-ray Diffraction (XRD) [2, 10, 11].

Experiments with the brake linings can be divided into two main groups from the viewpoint of sampling:

- samples of gases were taken near the real brake disc connected to the equipment for testing the brake pads,
- sampling of gases escaped during thermal decomposition of brake linings in the tube furnace.

Gaseous samples were analyzed using two different methods of gas chromatography with a flame ionization detector (GC-FID), (Agilent Technologies, 6890N Network GC Systems):

- gas samples collected in a glass sample container, samples were analyzed directly by gas chromatography,
- sampling, where sorption tubes were used, they were firstly extracted with carbon disulphide and then analyzed by the same method [10,11].

Brake lining is heated during the braking process and some substances are converted into the gas. Sampling of gaseous products of the friction process was performed on the equipment for testing of brake pads, see Fig. 1.

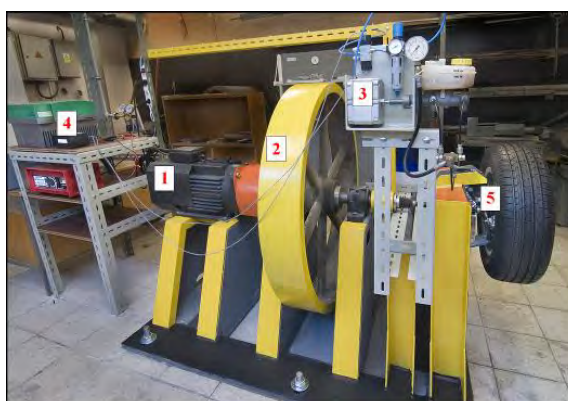


Fig. 1 Equipment for testing friction composites [11].  
Obr. 1 Zařízení pro testování frikčních kompozitů [11].

This equipment consists of:

1. Electric motor to drive a shaft.
2. The flywheel weighing 350 kg is used to simulate the weight of the vehicle.
3. Hydraulic system including a pressure sensor and control elements.
4. The control and evaluation unit that is connected via PC to the brake system sensors.
5. Brake system: brake disc, calliper, a couple of brake pads. Brake pressure, brake disc temperature, torque and speed sensors. Ambient temperature and humidity sensors [11].

Gas samples were taken during the braking process near the equipment for testing the brake pads. The wheel with the brake system was placed into the covered box during sampling to achieve higher concentration of gaseous product of the frictional process [10,11].

Gaseous products for this experiment were collected by a pump to the sample container. The pump sucked 1.5 dm<sup>3</sup> of air per minute and samples were taken for 30 seconds at different temperatures of the disc (200°C, 300°C, 400°C, 500°C, and 600°C). Such samples were analyzed by gas chromatography with a flame ionization detector on the same day.

Conditions were set to achieve the desired temperatures, see table 1. Braking was always performed from the speed of 100 km/h to a stop. Thus, for a temperature of 200 and 300°C, the pressure in the brake system was  $p = 10$  bars. Higher pressures in brake system were used to achieve higher temperatures [10, 11].

Tab. 1 The pressure required to obtain the temperature during braking from the speed of 100 km/h to a stop  
 Tab. 1 Tlak potřebný k dosažení dané teploty při brzdění z rychlosti 100 km/h do zastavení

Temperature [°C]	Pressure [bar]
200	10
300	10
400	15
500	40
600	40

With the test equipment, the gaseous samples were also taken in the sorption tubes filled with active carbon. Sampling gas flow rate was also 1.5 dm<sup>3</sup> per minute and it was measured by rotameter. All samplings on sorption tubes were carried out under the same conditions of pressure ( $p = 10$  bars) and motor speed ( $f = 600$  rpm.) [11].

Different conditions (braking and sampling time) were chosen to reach the different temperature ranges. When disc temperature reached 180°C the air with the products of thermal decomposition of brake pads started to suck in. The pressure in the brake system was 10 bars. Average duration of the braking was 2.5 s. Overall 45 braking cycles were performed. Gaseous products of decomposition were collected until disc temperature reached 200°C.

To achieve the temperature range of 350-400°C the braking time of 2.5 s was not enough, and thus it was necessary to extend it for a period of 4 seconds. Because of the high temperature in the covered box and the risk of thermal decomposition of plastic parts of the box, the sampling time was shortened, (see table 2) [10,11].

Tab. 2 The conditions for obtaining the required temperature range, pressure  $p = 10$  bars, and speed of  $f = 600$  rpm. were the same

Tab. 2 Podmínky pro dosažení potřebného teplotního rozsahu, přičemž tlak  $p=10$  bar a otáčky  $f=600$  ot./min. byly stejné

Disc temperature [°C]	Total sampling time [min]	Number of cycles	The braking time of one cycle [s]	Volume of sucked air and degradation products [dm <sup>3</sup> ]
180 - 200	20	45	2,5	30
270 - 300	20	45	2,5	30
350 - 400	16	24	4	24
465 - 500	10	22	5,5	15
580 - 600	10	34	5	15

The tube furnace was used for the purpose of monitoring the thermal decomposition of composite brake pads for a well-defined temperature mode and without the influence of friction.

The apparatus consists of tubular furnace Nabertherm B 180, into which the quartz tube is inserted. The powdered sample of brake lining in a ceramic boat was placed into this tube where the thermal decomposition took place. The tube was closed on both sides by the silicone plugs. Air flowed into the tube through the hole drilled into the plug. On the opposite side, silicon tube led into a glass sample container. Airflow was provided by an air pump and it was set to 1.5 dm<sup>3</sup>/min. It was measured by the rotameter. Temperature in the tube was measured by thermocouple placed near the boat with the sample.

The main items of the apparatus, which are also shown in Figure 2, are the following:

1. Air pump
2. Rotameter
3. Tube Furnace
4. Temperature Sensor
5. Sample container

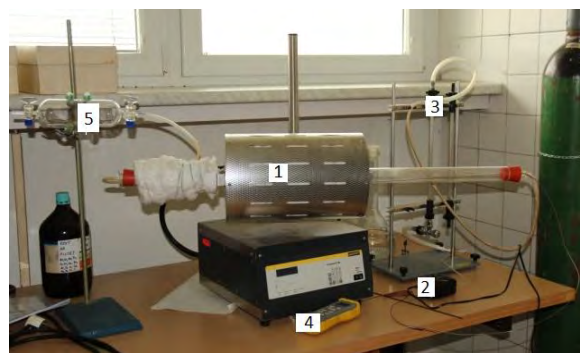


Fig. 2 Tube furnace and its main parts [10]  
 Obr. 2 Trubková pec a její hlavní části [10]

Previously weighed sample was inserted into the furnace, which was heated to 200°C. The temperature was held at the same value for 5 minutes. Gaseous sample was taken to the sample container during the last minute. Then the temperature was raised to 300°C, it took approx. 5 minutes. And the whole process of sampling was repeated. Gaseous samples were taken at 200°C, 300°C, 400°C, 500°C, and 600°C. These samples were analyzed by gas chromatography on the same day [10].

Gaseous samples were taken in the sorption tubes with active carbon as well. Five samples were taken in these temperature modes: from 100°C to 200°C, 200°C to 300°C, 300°C to 400°C, 400°C to 500°C, 500°C to 600°C. The total sampling time for each sample was 35 minutes. The gaseous products of thermal decomposition of the brake linings were taken during the 5 minute warm-up at the furnace temperature and then the temperature was kept for 30 minutes. Both ends of the sorption tubes were closed and samples were stored in a refrigerator till their extraction to the carbon disulfide and subsequent analysis by gas chromatography [10,11].

In collaboration with the Energy Research Centre of the VŠB - TUO an analysis of gaseous products of thermal decomposition of friction materials was carried out. Powder samples of brake pads were heated in the tube furnace and emerging gaseous products were analyzed by flow analyzer of the company AFRISO. It contained detectors ABB AO 2020 and ABB EL 3020, which included flame ionization detector for organic compounds. Paramagnetic detector was used to detect oxygen and infrared detector was used for detection of remaining gases.

In the tube furnace two samples of brake pads were gradually heated. Furnace was preheated to 100°C and a boat with the sample was inserted. At the moment when the sample was put into the furnace, the temperature was increased to 200°C. It lasted 5 minutes and then the temperature was maintained at 200°C for 10 minutes. The temperature was then increased to 300°C and the sample was maintained for 10 minutes at this temperature again. In this mode, it continued until a temperature of 600°C.

## 2. Results and discussion

### 2.1 Characterization of materials

Two types of brake linings were chosen for experiments. These are commonly available and used products worldwide. Selected samples of brake pads were denoted A and B. They were also chosen because their composition and structure are fairly well known already [9].

In table below (Tab. 3), you can see the results of analysis of the brake linings.

Tab. 3 Results of elemental analysis of the brake pads A and B in wt. %

Tab. 3 Výsledky prvkové analýzy brzdového obložení A a B v hmot. %

Element	Sample A	Sample B
Mg	0.33	3.8
Al	1.6	1.5
Si	0.41	1.6
S	3.3	2.7
Ca	0.2	1.0
Cr	0.9	1.0
Fe	19.2	19.6
Cu	17.7	20.8
Zn	6.4	4.4
Mo	0.08	0.042
Sn	0.43	0.59
Sb	7.7	4.3
Ba	2.5	0.016
C	28.8	27.2

Tab. 4 Phase composition of the brake lining samples obtained by the XRD

Tab. 4 Fázové složení vzorků brzdového obložení získané metodou rentgenové difrakce

	Sample A	Sample B
phase composition	organic binder	organic binder
	carbonaceous filler	carbonaceous filler
	iron	iron
	copper	copper
	Cu-Zn alloy	Cu-Zn alloy
	Cu-Sn alloy	vermiculite
	zinc	Stibnite (Sb <sub>2</sub> S <sub>3</sub> )
	aluminum	Pyrite (FeS <sub>2</sub> )
	Stibnite (Sb <sub>2</sub> S <sub>3</sub> )	Chalcopyrite (CuFeS <sub>2</sub> )
	Quartz (SiO <sub>2</sub> )	Arsenopyrite (FeAsS)
	Magnetite (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> )	Herzenbergite (SnS)
	Al, Mg-chromite	Cu, Sb-sulfide
	Barite (BaSO <sub>4</sub> )	Corundum(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )
	-	Al, Mg-chromite

### 2.2 Gases taken from the equipment for testing of brake linings and analyzed by GC – FID

Concentration of the determined gases taken into the glass sample container was too small for analysis by GC – FID.

In the case of sampling using active carbon in the sorption tubes concentration was sufficient for analysis by GC – FID. Tab. 5 shows contents of benzene obtained through the temperature range. The content of benzene in the sorption tubes was recalculated to the 1 dm<sup>3</sup> of sucked air because of different sampling times (see Tab. 2).

Tab. 5 The contents of benzene in gaseous products of a friction process

Tab. 5 Obsah benzenu v plynných produktech třecího procesu

Temperature [°C]	Content of benzene [µg/dm <sup>3</sup> ]	
	Sample A	Sample B
180 - 200	0.002	0.028
270 - 300	0.003	0.048
350 - 400	0.058	17.3
465 - 500	0.644	2.14
580 - 600	10.3	25.2

From the results it is evident that the brake lining B released significantly higher amounts of benzene. Large volume was released at the temperature ranges from 350°C to 400°C and approx. 600°C. The sample A showed a gradual evolution of benzene in at the temperature up to 500°C and at 600°C a steep increase occurred, but the amount was much smaller than that of the pads B. This is probably related to the properties of resin used.

### 2.3 Gases from thermal decomposition in the tube furnace and analyzed by GC – FID

In the case of sampling to the glass container, the major component of gaseous products that were released during thermal decomposition of samples of brake linings was methane, the concentration of which in gases was gradually rising with an increasing temperature. However, sharp increase of evolved methane occurred in the sample A at 600°C (Tab. 6).

Composition of gas samples analyzed by gas chromatography is shown in tables 6 and 7.

Tab. 6 Composition of the gas generated by thermal decomposition of the sample A in tube furnace

Tab. 6 Složení plynu vzniklého tepelným rozkladem vzorku brzdového obložení A v trubkové peci

Temp.	methane	ethane	ethyne	propane	propene	iso-butane
[°C]	[ppm]					
200	0	0	0	0	0	0
300	14.3	0	3.1	0	2.1	0
400	65.0	16.9	16.8	2.60	9.4	2.7
500	181.0	22.6	18.6	4.18	8.1	4.7
600	1067	22.3	22.6	1.95	6.1	0

Tab. 7 Composition of the gas generated by thermal decomposition of the sample B in tube furnace

Tab. 7 Složení plynu vzniklého tepelným rozkladem vzorku brzdového obložení B v trubkové peci

Temperature	methane	ethane	ethene	propene
[°C]	[ppm]			
200	21.0	0	0	0
300	31.8	0	14.6	5.9
400	5.0	0	34.6	30.0
500	82.1	6.59	93.7	65.0
600	151.6	0	70.2	28.0

Tab. 8 The contents of benzene in gaseous products of thermal decomposition

Tab. 8 Obsah benzenu v plynných produktech tepelného rozkladu

Temperature [°C]	Content of benzene [µg]	
	Sample A	Sample B
180 - 200	2.5	0.89
270 - 300	7.8	19.3
350 - 400	17.7	69.0
465 - 500	4.9	47.3
580 - 600	23.5	10.1

Thermal decomposition products were captured by activated carbon in absorption tubes, extracted into carbon disulfide and analyzed. Benzene was detected. In this case, values were not converted to 1 dm<sup>3</sup> of sucked air, because the value was identical for both samples and was equal to 52 dm<sup>3</sup>. The contents of detected benzene is given in table (Tab. 8). Sample B releases more amount of benzene than sample A. This is in accordance with results obtained from a frictional process.

### 2.4 Gaseous samples from thermal decomposition in the tube furnace and analyzed by flow analyzer

The following figures (Fig. 3 to 5) show a graphical progress of gas generation from thermal stress brake linings. All the data were loaded at half-minute intervals and were converted by the analyzer software to weight in 1 m<sup>3</sup> of gas under normal conditions [mg/m<sup>3</sup>N]. In the images, see figures 3 and 4, the leakage of CO, NO<sub>x</sub>, SO<sub>2</sub> is shown, as well as all light hydrocarbons expressed as total organic carbon (TOC).

You can see that the sample B reached two distinct peaks (Fig. 4) of carbon monoxide (CO), at temperatures around 350°C and 450°C. On the other hand, the maximum in the sample A (Fig. 3) was shifted to the temperature of 400°C and formation of CO had a decreasing trend with an increasing temperature.

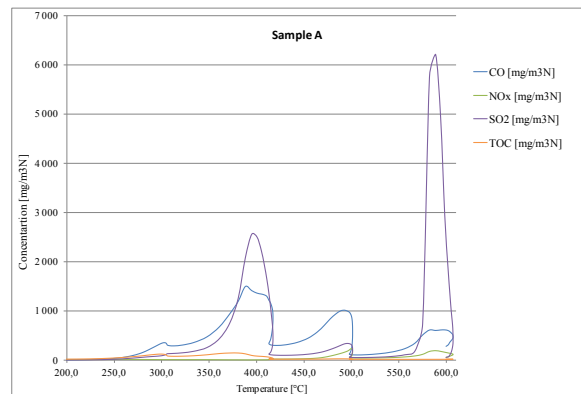


Fig. 3 Gas leakage dependence on temperature of the sample A after conversion to m<sup>3</sup> under normal conditions

Obr. 3 Závislost úniku plynů na teplotě ve vzorku A po přepočtu na m<sup>3</sup> za normálních podmínek

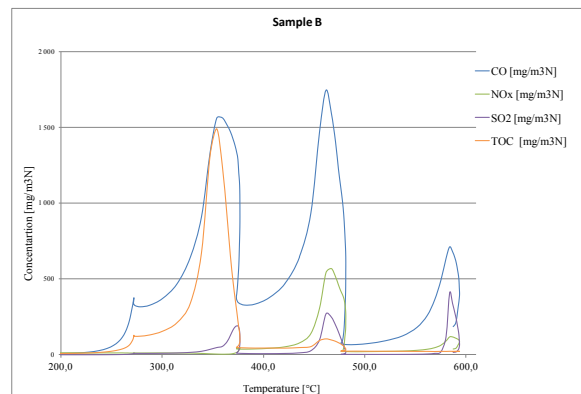


Fig. 4 Gas leakage dependence on temperature of the sample B after conversion to m<sup>3</sup> under normal conditions

Obr. 4 Závislost úniku plynů na teplotě ve vzorku B po přepočtu na m<sup>3</sup> za normálních podmínek

The sample A released less oxides of nitrogen (NO<sub>x</sub>) (Fig. 3) than the sample B and its development was not so rapid. However, the area of the temperature, at which the gas began to release, is comparable (450°C and 560°C).

Creation of sulphur dioxide ( $\text{SO}_2$ ) represents a significant difference in these samples. The sample B reached its maximum concentration of  $408 \text{ mg/m}^3\text{N}$  at the temperature of approx.  $600^\circ\text{C}$ . The sample A had its maximum around this temperature as well, but its concentration was much higher, its value was  $6215 \text{ mg/m}^3\text{N}$ . As it can be seen in the graph (Fig. 3)  $\text{SO}_2$  concentration also achieved high value at the temperature of  $400^\circ\text{C}$ ,  $2256 \text{ mg/m}^3\text{N}$ . On the other hand, the sample B released much higher amount of light hydrocarbons (TOC) (Fig. 4), which reached a maximum ( $1490 \text{ mg/m}^3\text{N}$ ) at the temperature around  $350^\circ\text{C}$ . The sample A gradually released light hydrocarbons until the temperature of  $370^\circ\text{C}$ , but their concentration did not exceed  $145 \text{ mg/m}^3\text{N}$  at the maximum (Fig. 3).

Figure 5 shows the dependence of carbon dioxide ( $\text{CO}_2$ ) concentration on the temperature in the tube furnace. It compares the course of leakage of  $\text{CO}_2$  in both samples. Total amount of the formed  $\text{CO}_2$  was smaller in the sample A.

Up to the temperature of  $300^\circ\text{C}$  the leakage of  $\text{CO}_2$  was slow, and then there was a sharp increase, especially in the sample B.

Furthermore, the dependence of that reaction, in which  $\text{CO}_2$  is produced, took place in the sample B at lower temperatures at approx.  $50^\circ\text{C}$ . The exception was at the temperatures around  $600^\circ\text{C}$ , where both samples reached their maximum, and the temperature difference was only  $10^\circ\text{C}$ .

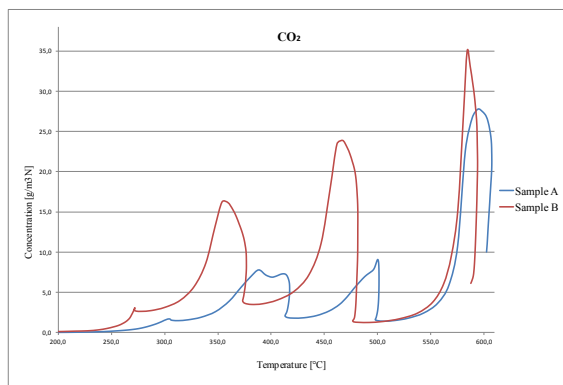


Fig. 5 Comparison of leakage of carbon dioxide from the two samples of brake pads

Obr. 5 Porovnání úniku oxidu uhličitého ze dvou vzorků brzdového obložení

## Conclusions

The results of analyzes of the gaseous products of the frictional process in automotive braking systems have shown particular production of  $\text{CO}_2$ . In addition, there were lower concentrations of  $\text{CO}$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{NO}_2$  and organic substances. A number of light hydrocarbons (methane, ethane, ethene, ethyne, propane, propene, iso-butane) and relatively high levels of benzene in the collected gaseous samples were found, too. The amount of released gases in two investigated brake linings is

significantly different. It can be said that the formation of the gaseous products during the friction process can be considerably affected by the composition of friction composite.

### Acknowledgements

*This paper was created in the project No. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 "Regional Materials Science and Technology Centre" within the frame of the operation programme "Research and Development for Innovations" financed by the Structural Funds and from the state budget of the Czech Republic.*

*My thanks also go to Ing. K. Krpec, Ph.D. for analyses performed by flow analyzer.*

### Literature

- [1] RONGPING YUN, PETER FILIP, YAFEI LU. Performance and evaluation of eco-friendly brake friction materials. *Tribology International*, 43 (2010):2010-2019.
- [2] TOMÁŠEK, V. *Frikční kompozity pro brzdové systémy automobilů a metody jejich charakterizace*. 1. vyd. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2009, 98 s. ISBN 978-80-248-2085-9.
- [3] FILIP, P., KOVARIK, L., WRIGHT, M.A., *Automotive Brake Lining Characterization*, Society of Automotive Engineers, Inc, PA, USA (1997)
- [4] ROUBÍČEK, V., RACLAVSKÁ, H., JUCHELKOVÁ, D., FILIP, P. Wear and environmental aspects of composite materials for automotive braking industry. *Wear* 2008; 265:pp.167-175.
- [5] SZABOVÁ, M., TOMÁŠEK, V., ZAORAL, J. Studium otěrového prachu z brzdových frikčních kompozitů, *ChemZi* 1/2, 2006, p. 23 - 24, ISSN 1336-7242.
- [6] KUKUTSCHOVÁ, J., MORAVEC, P., TOMÁŠEK, V., MATĚJKA, V., SMOLÍK, J., SCHWARZ, J., SEIDLEROVÁ, J., ŠAFÁŘOVÁ, K., FILIP, P. On airborne nano/micro-sized wear particles released from low-metallic automotive brakes. *Environmental Pollution*, Vol. 159, Issue 4 (2011), p. 998-1006.
- [7] ABU-ALLABAN, M., GILLIES, J.A., GERTLER, A.W., CLAYTON, R., PROFFITT, D., Tailpipe, resuspended road dust, and brake-wear emission factor from on-road vehicles, *Atmospheric Environment* 37 (2003), 5283-5293
- [8] KLIKA, Z., TOMÁŠEK, V., SIMHA MARTYNKOVÁ, G., RITZ, M., ROUBÍČEK, V., KRATOŠOVÁ, G., SLOVÁK, V. Tepelná alterace frikčního materiálu. 1. Změny chemického a minerálního složení. *Hutnické listy*, Vol. LXI, No. 1, 2008, pp. 62 -66.
- [9] MATĚJKA, V., LU, Y., MATĚJKOVÁ, P., SMETANA, B., KUKUTSCHOVA, J., VACULÍK, M., TOMÁŠEK, V., ZLÁ, S., FAN, Y. Possible stibnite transformation at the friction surface of the semi-metallic friction composites designed for car brake linings, *Applied Surface Science*, 258 (2011), pp. 1862- 1868.
- [10] PĚKNÍKOVÁ, V. Analysis of Gaseous Products of Friction Composites. In: *Den interních doktorandů 2011: sborník semináře Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, 6.12.2011*. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2011, s. 125-128. ISBN 978-80-248-2523-6.
- [11] Dvořáček, M. *Studium modifikace materiálu frikčních kompozitů při třecím procesu*, Ostrava, 2011, Thesis, VŠB-Technická univerzita Ostrava, FMML.

## Distribuce As a Hg při spalování uhlí

### Distribution of As and Hg during the Coal Combustion

#### B. Statistické vyhodnocení laboratorních a provozních experimentů

#### B. Statistical evaluation of laboratory and full scale experiments

prof. Ing. Zdeněk Klika, CSc, Ing. Ondřej Němček, Ing. Michal Cagala, Doc. RNDr. Lucie Bartoňová, Ph.D., Ing. Zbyszek Szeliga, Ph.D a Ing. Jana Serenčíšová, VŠB-Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Katedra analytické chemie a zkoušení materiálu

(Dokončení)

#### 3.1 Chyby při výpočtu emisí As a Hg

K bilančním stanovením hodnot procentuálních podílů úbytku prvků ( $E$ ) z rovnice (1) byly použity jednak hmotnosti ( $m$ ) jednotlivých toků hmoty (uhlí, LP a UP) a jednak hmotnostní zlomky ( $w$ ) odpovídající obsahu daného prvku v těchto hmotnostních tocích. Je zřejmé, že při laboratorních měřeních (odst. 3.1 a 3.2) chyby způsobené stanovením hmotností těchto toků jsou zanedbatelné (chyba vážením  $\pm 0,0001$  g), zatímco chyby u stanovení hmotnosti toků při provozních fluidních měřeních mohou být značné, neboť jsou vypočítávány z bilance např.  $\text{SiO}_2$  a výkonu kotle. Odhad chyb ve stanovení hmotností těchto toků při bilancích v průmyslových kotlích je problematický a nebyl vzat při vyhodnocování v úvahu, takže vypočtené maximální chyby úbytku prvků emisemi ( $E$ ) pro provozní fluidní kotle mohou být ještě značně podhodnoceny.

Podle obecné teorie chyb [19] lze maximální absolutní chybu hodnoty  $E$  vyjádřit totálním diferenciálem  $dE$ :

$$dE = \sum_k \left( \frac{\delta E}{\delta x_k} \right) dx_k \quad (5)$$

kde  $E$  je emise daného prvku;  $x_k$  proměnné, kterými jsou v tomto příspěvku pouze hmotnostní zlomky  $w$  vypočítávaného prvku v odpovídajících hmotnostních

vstupních i výstupních tocích. Rovnici (5) lze přepsat do tvaru:

$$\varepsilon_E^{\max} = \sum_i \left| \frac{\delta E}{\delta w_k} \right| \varepsilon_{w_k} \quad (6)$$

kde  $dE$  je maximální chyba hodnoty  $E$  ( $dE = \varepsilon_E^{\max}$ );  $\varepsilon_{w_k}$  je chyba ve stanovení hmotnostního zlomku prvku v  $k$ -tém hmotnostním proudu;

##### 3.1.1 Laboratorní spalování v trubkové peci

Hodnoty emisí As a Hg byly v laboratorních pokusech (odst. 3.1) vyhodnoceny z rovnice (2). Jak již bylo řečeno výše, hmotnosti  $m_{VZ}$  a  $m_{VZ,o}$  považujeme za konstanty, které nejsou zatíženy většími experimentálními chybami. Pro zbývající dvě proměnné  $w_k$  platí:

$$dE = \left( \frac{\delta E}{\delta w_{VZ}} \right) dw_{VZ} + \left( \frac{\delta E}{\delta w_{VZ,o}} \right) dw_{VZ,o} \quad (7)$$

kde hmotnostní zlomky  $w_{VZ}$  a  $w_{VZ,o}$  jsou uvedeny v odst. 3.1.

Konečný vztah pro maximální chybu v emisích prvků  $\varepsilon_E^{\max}$  lze pak s použitím rov. (2) a (6) vyjádřit vztahem (8):

$$\varepsilon_E^{\max} = 10^2 \left| \left( -\frac{m_{VZ}}{m_{VZ,o} \cdot w_{VZ,o}} \right) \cdot \varepsilon_{w_{VZ}} \right| + \left| \left( \frac{m_{VZ} \cdot w_{VZ}}{m_{VZ,o} \cdot (w_{VZ,o})^2} \right) \cdot \varepsilon_{w_{VZ,o}} \right| \quad (8)$$

Pro výpočet maximální chyby emise As ( $\varepsilon_E^{\max}(As)$ ) z rovnice (8) byly použity chyby chemických analýz  $\varepsilon_{VZ}(As) = \varepsilon_{VZ,o}(As) \pm 2,5$  ppm a pro výpočet maximální chyby emise Hg ( $\varepsilon_E^{\max}(Hg)$ ) pak  $\varepsilon_{VZ}(Hg) = \varepsilon_{VZ,o}(Hg) \pm 0,006$  ppm u vzorků 1-20 až 1-225 a u vzorků 1-300 až 1-1150 chyba  $\pm 0,002$  ppm. Ostatní

data byla převzata z tabulky 2, přičemž chyby u As a Hg jsou součástí každé analýzy. Vypočtené hodnoty maximálních absolutních chyb pro oba prvky jsou uvedeny v tabulce 9.

Tab. 9 Výpočet maximálních chyb  $\varepsilon_E^{\max}(As)$  a  $\varepsilon_E^{\max}(Hg)$  pro jednotlivé vzorky z laboratorního spalování v trubkové peci  
Tab. 9 Calculation of maximal errors  $\varepsilon_E^{\max}(As)$  a  $\varepsilon_E^{\max}(Hg)$  for particular samples from laboratory tube combustion

Vzorek	$E(As)$	$\varepsilon_E^{\max}(As)$	$E(Hg)$	$\varepsilon_E^{\max}(Hg)$
	(%)			
1-20	0	34	0	19
1-100	-3,1	35	-4,1	20
1-150	3,2	33	5,6	19
1-225	0,2	34	32,7	16
1-300	5,4	32	68,4	4
1-300	9,3	31	77,8	4
1-450	16,5	29	83,7	3
1-600	14,2	29	77,2	3
1-750	22,4	28	65,1	4
1-900	18,7	28	89,3	3
1-1150	24,6	27	81,2	3

Z vypočtených dat je zřejmé, že zejména maximální chyby ( $\varepsilon_E^{\max}(As)$ ) ve výpočtu těkavosti  $E(As)$  jsou značné a že zpochybňují jejich důvěryhodnost, více než je tomu u výpočtu těkavosti  $E(Hg)$ . Výpočty  $\varepsilon_E^{\max}(As)$  a  $\varepsilon_E^{\max}(Hg)$  v těkavosti prvků za přítomnosti Cl nebyly provedeny.

### 3.1.2 Spalování ve fluidním laboratorním zařízení

Hodnoty  $E$  se při spalování ve fluidním laboratorním zařízení (odst. 3.2) vyhodnocovaly z rovnice (3). Jak již bylo řečeno výše, hmotnosti  $m_V$ ,  $m_{DFV}$  a  $m_{HFV}$  považujeme za konstanty, které nejsou zatíženy většími experimentálními chybami. Tyto, včetně hmotnostních zlomků  $w_V$ ,  $w_{DFV}$ , a  $w_{HFV}$ , jsou definovány v odst. 3.2. Konečný vztah pro  $\varepsilon_E^{\max}$  lze pak s použitím rov. (3) a (6) vyjádřit vztahem (9):

$$\varepsilon_E^{\max} = 10^2 \left| \left( -\frac{m_{DFV}}{m_V \cdot w_V} \right) \cdot \varepsilon_{w_{DFV}} + \left( -\frac{m_{HFV}}{m_V \cdot w_V} \right) \cdot \varepsilon_{w_{HFV}} + \left( \frac{m_{DFV} \cdot w_{DFV} + m_{HFV} \cdot w_{HFV}}{m_V \cdot (w_V)^2} \right) \cdot \varepsilon_{w_V} \right| \quad (9)$$

Pro výpočet maximální chyby emise As ( $\varepsilon_E^{\max}(As)$ ) z rovnice (9) byla analýza As zatížena chybou cca  $\varepsilon_V(As) = \varepsilon_{DFV}(As) = \varepsilon_{HFV}(As) = \pm 17\%$  z hodnoty  $w(As)$ , tj. například pro režim I:  $\varepsilon_V(As) = 19 \mu\text{g/g}$ ,  $\varepsilon_{DFV}(As) = 3 \mu\text{g/g}$  a  $\varepsilon_{HFV}(As) = 0,6 \mu\text{g/g}$ , atd. Pro analýzy Hg je chyba  $\varepsilon_V(Hg) \pm 11\%$  z hodnoty  $w(Hg)$ , tj. například pro režim I:  $\varepsilon_V(Hg) = 0,055 \mu\text{g/g}$ ,

$\varepsilon_{DFV}(Hg) = 0,002 \mu\text{g/g}$  a  $\varepsilon_{HFV}(Hg) = 0,005 \mu\text{g/g}$ , atd.

Ostatní data byla převzata z tabulky 4. Vypočtené hodnoty maximálních absolutních chyb pro oba prvky jsou uvedeny v tabulce 10. Z vypočtených dat je zřejmé, že zejména maximální chyby ( $\varepsilon_E^{\max}(As)$ ) ve výpočtu těkavosti  $E(As)$  jsou značně vysoké a že zpochybňují jejich důvěryhodnost více, než je tomu u výpočtu těkavosti  $E(Hg)$ .

Tab. 10 Výpočet maximálních chyb  $\varepsilon_E^{\max}(As)$  a  $\varepsilon_E^{\max}(Hg)$  pro jednotlivé vzorky z laboratorního fluidního spalování

Tab. 10 Calculation of maximal errors  $\varepsilon_E^{\max}(As)$  a  $\varepsilon_E^{\max}(Hg)$  for particular samples from laboratory fluidized combustion

Režim	Test	$E(As)$	$\varepsilon_E^{\max}(As)$	$E(Hg)$	$\varepsilon_E^{\max}(Hg)$
		(%)			
I	1	21,0	31	54,0	7
	2	14,0	31	72,0	7
	3	12,1	31	74,3	7
	4	4,0	31	67,1	7
II	5	<13,8	29	24,6	10
	6	<19,1	29	73,0	10
	7	10,4	29	55,8	10
	8	6,5	29	43,7	10
	9	4,7	29	71,5	10
	10	<3,4	29	<100,0	10
	11	<9,8	29	<100,0	10
	12	13,0	29	67,0	10
	13	11,8	29	-10,8	10
	14	-3,4	29	11,7	10



### 3.1.3 Spalování ve fluidních provozních zařízeních

Hodnoty emisí prvků se při spalování ve fluidních provozních zařízeních (odst. 3.3) vyhodnocovaly z rovnice (4). Hmotnosti  $m_U$ ,  $m_{LP}$  a  $m_{UP}$  považujeme za konstanty i když, jak bylo diskutováno výše, tyto hodnoty jsou zatíženy poměrně většími chybami, které ovšem není možno jednoduše odhadnout a proto je při

výpočtu nezohledňujeme. Příspěvek vápence do bilančních výpočtů byl zanedbán, vzhledem k jeho podstatně menší hmotnostem a velmi nízkému obsahu As a Hg. Hmotnostní zlomky  $w_U$ ,  $w_{LP}$  a  $w_{UP}$ , jsou uvedeny v odst. 3.3. Konečný vztah pro  $\varepsilon_E^{\max}$  lze pak s použitím rov. (4) a (6) vyjádřit vztahem (10):

$$\varepsilon_E^{\max} = 10^2 \left[ \left| \left( -\frac{m_{LP}}{m_U \cdot w_U} \right) \cdot \varepsilon_{w_{LP}} \right| + \left| \left( -\frac{m_{UP}}{m_U \cdot w_U} \right) \cdot \varepsilon_{w_{UP}} \right| + \left| \left( \frac{m_{LP} \cdot w_{LP} + m_{UP} \cdot w_{UP}}{m_U \cdot (w_U)^2} \right) \cdot \varepsilon_U \right| \right] \quad (10)$$

Pro výpočet maximální chyby emise As ( $\varepsilon_E^{\max}(As)$ ) z rovnice (10) byla analýza As zatížena chybou cca  $\varepsilon_U(As) = \varepsilon_{LP}(As) = \varepsilon_{UP}(As) = \pm 17\%$  z hodnoty  $w(As)$ , tj. například pro režim černé uhlí 40% :  $\varepsilon_{CU} = 1,2 \mu\text{g/g}$ ,  $\varepsilon_{LP} = 3,0 \mu\text{g/g}$  a  $\varepsilon_{UP} = 6,0 \mu\text{g/g}$ , atd. Pro analýzy Hg je chyba  $\varepsilon_{VZ}(Hg) \pm 11\%$  z hodnoty  $w(Hg)$ , tj. například pro režim černé uhlí 40% :  $\varepsilon_{CU} = 0,014 \mu\text{g/g}$ ,  $\varepsilon_{LP} = 0,0004 \mu\text{g/g}$  a  $\varepsilon_{UP} = 0,11 \mu\text{g/g}$ , atd. Ostatní data byla převzata z tabulky 6. Vypočtené hodnoty maximálních absolutních chyb pro oba prvky jsou uvedeny v tabulce 11. Z vypočtených dat je zřejmé, že zejména maximální chyby ( $\varepsilon_E^{\max}(As)$ ) ve výpočtu těkavosti  $E(As)$  jsou značné a že zpochybňují jejich důvěryhodnost více, než je tomu u výpočtu těkavosti  $E(Hg)$ .

množství přítomného chloru, který byl pro tento účely navýšen o 1000 ppm. Z naměřených dat bylo zjištěno, že maximální množství vytěkaného As dosahuje při teplotě 1150°C cca 20 % z jeho původního obsahu v hnědém uhlí, zatímco maximální obsah vytěkané Hg je téměř 90 %. Oba prvky se dostávají do emisí již při nižších teplotách, je-li ve spalovaném uhlí navýšen obsah Cl. Celkové množství emitovaných prvků As a Hg při teplotě cca 900 °C však již na navýšení Cl nezávisí.

Tab. 11 Výpočet maximálních chyb  $\varepsilon_E^{\max}(As)$  a  $\varepsilon_E^{\max}(Hg)$  pro jednotlivé vzorky z provozního fluidního spalování

Tab. 11 Calculation of maximal errors  $\varepsilon_E^{\max}(As)$  a  $\varepsilon_E^{\max}(Hg)$  for particular samples from process fluidized combustion

Vzorek	$E(As)$	$\varepsilon_E^{\max}(As)$	$E(Hg)$	$\varepsilon_E^{\max}(Hg)$
	(%)			
CU-Poříčí(40)	7,6	29	76,7	5
CU-Poříčí(100)	6,2	32	21,7	19
HU-Tisová(40)	12,5	30	38,0	14
HU-Tisová(100)	14,3	29	50,7	11

## Závěr

Cílem této práce bylo stanovení těkavosti As a Hg při spalování uhlí v trubkové laboratorní peci (a), ve fluidním laboratorním zařízení (b) a v provozních fluidních kotlích (c). Těkavost obou prvků byla vyhodnocena s použitím bilančních měření.

Při laboratorních testech v trubkové peci byla sledována těkavost As a Hg v závislosti na teplotě spalování a na

Laboratorní testy ve fluidním spalovacím zařízení měly ověřit těkavost obou prvků při spalování téhož hnědého uhlí za různé teploty spalování v dolní fluidní vrstvě (DFV). Náplň horní fluidní vrstvy (HFV) byl křemenný písek který simuloval fluidní popel v provozních kotlích. K němu se v různých režimech spalování přidávaly sorbenty (aktivní uhlí, pyrolyzní uhlík a Ca/Mg bentonit), které měly za cíl větší záchyt As a Hg. Vyjma Hg zachyceném v bentonitu pozitivní výsledky s přidávkem těchto sorbentů nebyly prokázány.

Provozní testy na fluidních kotlích v elektrárnách Tisová (hnědé uhlí) a v Poříčí (černé uhlí) byly provedeny při dvou různých výkonech (40 a 100 %) na každém kotli. Rovněž tyto výsledky ukázaly, že těkavost As a Hg se podstatně liší a Hg odchází v emisích ve značně větším podílu.

Pro výsledky těkavosti obou prvků, stanovených z bilančních měření, byly vypočteny maximální možné chyby. Jejich relativně vysoké hodnoty ukazují, že hodnoty těkavosti prvků stanovené z rozdílu v bilancích, mezi vstupujícím a vystupujícím množstvím prvků v procesu spalování uhlí, nejsou zcela spolehlivé. Tento závěr je obecně platný pro výpočet emisí všech stopových prvků z jejich bilancí.

### Poděkování

Práce vznikla v rámci řešení projektu GA 105/08/0913 za finanční podpory GAČR a Regionálního materiálového technického výzkumného centra (projekt CZ.1.05/2.1.00/0040).

#### Literatura

- [1] ROUBÍČEK, V., BUCHTELE, J. Vývojové trendy užití uhlí. Ostrava, VŠB-TU, 1998.
- [2] BUCHTELE, J., ROUBÍČEK, V., SÝKOROVÁ I.: Coals from the Ostrava - Karviná Mining District (OKD) and Preconditions of their Application in Processes of Clean Coal Technology. *Acta Montana B5(98)*, 1995, 43-53.
- [3] QUEROL, X., FERNÁNDEZ-TURIEL, J.L., LÓPEZ-SOLER, A. Trace elements in coal and their behaviour during combustion in a large power station. *Fuel* 1995, vol. 74, p. 331-343.
- [4] SWAINE, D. J., GOODARZI, F. Environmental aspects of trace elements in coal. The Netherlands, Kluwer Academic Publishers, 1995.
- [5] SMOLÍK, J., SCHWARTZ, J., VESELÝ, V., KUGLER, J., SÝKOROVÁ, I., KUČERA, J., HAVRÁNEK, V. Tuhé emise z fluidního spalování hnědého uhlí. *Ochrana ovzduší* 1, 18, 1997.
- [6] KLEIN, D. H., ANDREN, A. W., CARTER, J. A., EMERY, J. F., FELDMAN, C., FULKERSON, W. Pathways of thirty-seven trace elements through coal-fired power plant. *Environ. Sci. Technol.* 1975, vol. 9, No.10, 973-979.
- [7] MEIJ, R.: The Distribution of trace elements during the combustion of coal. In: SWAINE, D. J., GOODARZI, F. Environmental aspects of trace elements in coal. The Netherlands, Kluwer Academic Publishers, 1995, 111-126.
- [8] GERMANI, M.S., ZOLLER, W.H. Vapor-phase concentrations of arsenic, selenium, bromine, iodine, and mercury in the stack of a coal-fired power plant. *Environ. Sci. Technol.* 1998, vol. 22, no. 9, 145-159.
- [9] BORON, D.J., WAN, E.I. Controlling toxic emissions. *Coal* 1990, vol. 96, no. 6, 121-129.
- [10] WADE, C.B., THURMAN, CH., FREAS, W., STUDENT, J., MATTY, D., MOHANTY D.K. Preparation and Characterization of high efficiency modified activated carbon for the capture of mercury from flue gas in coal-fired power plants. *Fuel Processing Technology* 2002, vol. 97, 107-117.
- [11] LOPEZ-ANTÓN, M.A., TASCÓN, J.M.D., MARTÍNEZ-TARAZONA, M.R. Retention of mercury in activated carbons in coal combustion and gasification flue gas. *Fuel Processing Technology* 2002, vol. 77-78, 353-358.
- [12] MEI, Z., SHEN, Z., ZHAO, Q., WANG, W., ZHANG, Y. Removal and recovery of gas-phase element mercury by metal oxide-loaded activated carbon. *Journal of Hazardous Materials* 2008, vol.152, 721-729.
- [13] PANDEY, V.CH., SINGH, J.S., SINGH, R.P., SINGH N., YUNUS, M. Arsenic hazards in coal fly ash and its fate in Indian scenario. *Resources, Conservation and Recycling* 2011, vol. 55, 819-835.
- [14] LOPEZ-ANTÓN, M.A., DÍAZ-SOMOANO, M., FIERRO, J.L.G., MARTÍNEZ-TARAZONA, M.R. Retention of arsenic and selenium compounds present in coal combustion and gasification flue gases using activated carbons. *Fuel Processing Technology* 2007, vol. 88, 799-805.
- [15] ZHAO, Y., ZHANG, J., HUANG, W., WANG, Z., LI, Y., SONG, D., ZHAO, F., ZHENG, CH. Arsenic emission during combustion of high arsenic coals from South west Guizhou, China. *Energy Conversion and Management* 2008, vol. 49, 615-624.
- [16] KLIKA, Z., BARTOŇOVÁ, L., SPEARS, A. Effect of boiler output on the trace element partitioning during coal combustion in two fluidised-bed power stations. *Fuel*. 2001, vol. 80, no. 7, s. 907-917.
- [17] HONUS, S., JUCHELKOVÁ, D., ROUBÍČEK, V. Design and calculation of heating of pyrolytic furnace basic module of the Pyromatic unit. Sborník vědeckých prací Vysoké školy báňské - Technické univerzity Ostrava. Řada strojní, 2010, svazek LVI, č. 1, s. 99-107.
- [18] HONUS, S., SASSMANOVÁ, V., FRANTÍK, J., JUCHELKOVÁ, D., MIKULOVÁ, Z. Evaluation of quality of output product in the technology group for pyrolysis organic waste substance, Sborník vědeckých prací Vysoké školy báňské - Technické univerzity Ostrava. Řada strojní, 2011, svazek LVII, č. 1, s. 81-87.
- [19] JAKOVLEV, K. P. *Matematické zpracování výsledků měření*. SNTL, Praha 1958, str. 60.

## Modernizace přípravného pořadí na válcovně firmy Baosteel

Baosteel to modernize roughing mill. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 10-11

Čínská firma Baosteel objednala u firmy Siemens dodávku nového elektrozařízení pro přípravné pořadí teplé válcovny č. 1 v Šanghaji. Objednávka zahrnuje automatizaci a pohony nového lisu pro regulaci šířky a pohony pro přípravné pořadí. Nový lis na přípravném pořadí se již montuje. Bude se modernizovat i stávající řídicí systém přípravného pořadí Simatic PCS7. Nové pohony přípravného pořadí budou typu SL-150 a budou mít výkon 9 500 kW. Projekt by měl být ukončen v prosinci 2012.

LJ

# povrchová úprava

## Vlastnosti vybraných galvanických povlaků pro ochranu magnetů na bázi NdFe

## Properties of Selected Galvanic Coatings for Protection of NdFe Based Magnets

doc. Ing. Stanislav Lasek, Ph.D., Ing.&Ing. Nela Dobrovodská, Ing. Kateřina Skotnicová, Ph.D., RMTVC, VŠB-Technická univerzita Ostrava

*Úsporné a silné magnety typu NdFeB jsou značně náchylné na korozi, zejména ve vlhkých atmosférách anebo vodných prostředích, proto na jejich povrchy jsou většinou nanášeny ochranné povlaky niklu, zinku, epoxidové pryskyřice anebo tyto magnety jsou pasivovány. Významné je posoudit vliv magnetického pole permanentního magnetu na korozní odolnost ochranného povlaku a základního materiálu. Příspěvek se zabývá ověřením protikorozních vlastností vybraného komerčního povlaku Ni/Cu/Ni a laboratorně nanášeného povlaku Ni na magnetech typu NdFeB, které byly vyrobeny technologií práškové metalurgie ve tvaru hranolu a válce. Pomocí rentgenové mikroanalýzy bylo stanoveno chemické složení povlaků a základního materiálu, přitom byly zjištěny hlavní magnetické fáze typu  $Nd_2Fe_{14}B$ , resp.  $(NdPr)_2Fe_{14}B$ . Metalograficky byla potvrzena minimálně dvoufázová heterogenní struktura NdFeB s nízkou pórovitostí. Korozní odolnost vybraných magnetických materiálů typu NdFeB s danými kovovými povlaky je poměrně nízká, a to podle výsledků provedené standardní zkoušky v solné mlze. Rozvoj poškození začínal od rezavých bodů a skvrn, přes nadzvedávání a praskání povlaků až po jejich odlupování a intenzivní korozi základního materiálu, která byla urychlována vlivem korozního článku. Zvýšenou pozornost je třeba věnovat předúpravě a čistotě povrchu, zamezení vlivu vodíku a vzniku průchozích pórů při pokovení.*

*Effective and strong NdFeB magnets are sensitive to corrosion, especially in wet and/or water environments, therefore mostly protective coatings of nickel, zinc, epoxy resin are applied on their surface or these magnets are treated by surface passivation. It is important to understand the effect of magnetic field of permanent magnet on corrosion resistance of the coating and its basic material. This paper deals with verification of corrosion properties of selected commercial Ni/Cu/Ni coating and Ni coating created in laboratory on NdFeB magnet types in the shape of a prism and small cylinder. Chemical composition of coatings and of basic material was controlled by an X-ray microanalysis, and base magnetic phase of the type  $Nd_2Fe_{14}B$ , or  $(NdPr)_2Fe_{14}B$  were also identified. At least two-phase heterogeneous structure of NdFeB with low porosity was confirmed by metallographic investigation. Corrosion resistance of selected magnetic materials of the type NdFeB with tested metal coating is relatively low according to the performed standard salt spray test. The damage started from rust points (pits) and stain, through lifting and cracking to their peeling and intensive corrosion of the base material, while negatively influenced by action of galvanic cells. Metallographic analysis and test results have confirmed that total thickness of the Ni coating or thickness of each layer in the combined coating Ni/Cu/Ni would not have a significant effect on the corrosion resistance of the NdFeB magnet. Adhesion and presence of interconnecting pores or similar discontinuities in the coating are important, as they enable bimetallic galvanic corrosion under coating. The influence of hydrogen should be reduced or eliminated at pre-treatment of surface and coating application in order to increase the effectiveness of protective coatings.*

Permanentní a účinné magnety na bázi NdFeB jsou používány v mnoha zařízeních a oblastech techniky. Hodnoty jejich energetického součinu  $(BH)_{max}$  jako ukazatele jakosti dosahují přes  $400 \text{ kJ}\cdot\text{m}^{-3}$  a mají též

vysoké hodnoty koerzivní síly,  $H_c \approx 2000$  kA/m [1], avšak jsou náchylné na korozi a křehké porušení. Struktura NdFeB magnetů vedle intermetalických magnetických fází může obsahovat téměř čistý neodým. Ten je ve své volné formě extrémně náchylný ke korozi a dochází ke spontánní přeměně na práškový oxid nebo hydroxid neodymu. Magnety NdFeB jsou známy jako korozivní a rozkládají se již ve vlhké atmosféře. O tom svědčí např. expoziční zkoušky, kdy NdFeB a SmCo magnety byly vystaveny nasycené vodní páře při teplotě 130 °C a tlaku 300 kPa [2-4]. Ve srovnání s SmCo magnety byl u NdFeB magnetů zjištěn 100 až 1000 násobný úbytek hmotnosti. Zvýšení teploty (nad 100°C) výrazně snižuje korozní odolnost a za těchto podmínek se magnet během 10 dní prakticky rozpadne a zůstanou pouze zbytky. Tento proces se značně urychlí působením solí, kyselin či zvýšením teploty. Vlivem vodíku daný materiál snadno křehne a praská [4,5], zejména podél hranic zrn a fází s vysokým obsahem Nd. Naopak proti působení organických rozpouštědel jsou NdFeB magnety poměrně stabilní.

Korozní odolnost je jedním z klíčových požadavků na hodnocení použitelnosti NdFeB magnetů. Tu je možno zvýšit přidáním vhodných legujících prvků (Co, Dy, Pr), které také zvyšují teplotní stabilitu magnetů. Reaktivní neodým je v mezikrystalové oblasti nahrazen stabilními intermetalickými sloučeninami. Z druhé strany, tyto přísady snižují objemový podíl magnetické fáze a redukuje tedy magnetický tok [4,6].

Pro snížení korozního poškození magnetu typu NdFeB je možno obecně použít tyto základní způsoby ochrany: povlakování kovy, ochrana plastem, magnetické prášky spojené polymerem.

Kovové povlaky je nejrozšířenějším způsobem ochrany NdFeB magnetů proti korozi. Ochranná vrstva kovu se nanáší zpravidla galvanicky. Podle účelu použití se obvykle používají niklové, měděné a zinkové povlaky anebo jejich kombinace. Nevýhodou je vytvoření nemagnetické (podobně jako vzduchové) mezery mezi ochranným povlakem a magnetem, což snižuje odtrhovací sílu. Povlaky niklu navíc vytváří tzv. magnetický zkrat, kterým se sníží magnetická indukce [3,5], obvykle do 5%.

Degradace magnetických materiálů korozi omezuje jejich použití a životnost. Tento proces v mnoha případech urychlován působením magnetických polí, která také mohou přispívat k lokalizaci koroze. Hlavní vliv magnetických polí na elektrochemickou korozi spočívá v zavedení dvou dodatečných sil působících v elektrolytu. Lorentzova síla ( $F = Q \cdot v \cdot B$ , kde  $Q$  je náboj,  $v$  jeho rychlost a  $B$  magnetická indukce), která působí na pohyb iontů a podobných nabitých částic, ovlivňuje pohyb elektrolytu a zvyšuje transportní procesy hmoty, tzv. magneto-hydrodynamický efekt. Za druhé, gradient magnetického pole táhne paramagnetické ionty do oblastí vysoké hustoty magnetického toku, což vede ke koncentračním změnám u povrchu elektrod [7].

Magnetizace feromagnetické elektrody ve vnějším homogenním magnetickém poli vede k nehomogennímu rozptylovému poli v přední části elektrody. Toto pole a jeho gradienty mohou významně změnit anodické chování materiálu a chování při volném potenciálu elektrody. Potenciodynamická polarizační měření byla provedena na válečku železa v 0,5 M roztoku kyseliny sírové (pH 0,25) bez a s aplikovanými magnetickými poli do 0,6T (Tesla) s rozdílnými orientacemi k povrchu elektrody. Zvýšení difuzní limitní proudové hustoty při rozpouštění a posuv ke kladnějším hodnotám potenciálu aktivně-pasivního přechodu bylo zjištěno v případě magnetického pole aplikovaného paralelně k povrchu elektrody (maximální Lorentzova síla). Naopak při kolmé konfiguraci pole (maximum síly z gradientu pole) difuzní proudová hustota je snížena a potenciál aktivně-pasivního přechodu je posunutý k méně kladným hodnotám. Nerovnoměrné rozpouštění a profilování povrchu elektrody podle rozdělení hustoty magnetického toku a pohybu elektrolytu ovlivněného Lorentzovou silou bylo pozorováno po difuzně řízeném rozpouštění [7].

Cílem práce bylo ověření vlastností vybraných galvanicky nanesených povlaků Ni/Cu/Ni a Ni na magnetech typu NdFeB. Tento příspěvek navazuje na podobné práce o protikorozní ochraně permanentních magnetů NdFeB s kovovými povlaky [8,9].

## Popis vzorků a experimentální práce

Pro ověření vlastností galvanicky nanesených povlaků byly vybrány komerčně vyráběné NdFeB magnety s kovovými povlaky. Jedná se o zmagnetovaný výrobek ve tvaru hranolu o velikosti 40x15x10 mm a hmotnosti 45 g (aplikace pro upínací magnety, filtrační systémy, upínací systémy s pólovými nastavci apod.) Směr promagnetování kolmo na největší plochu hranolu a rozložení magnetických polí bylo ověřeno pomocí malého kompasu. Dále byly zkoušeny válce o průměru Ø8 mm a výšce 8 mm (hmotnost 8,0 g, pro senzory) před magnetizací [10], resp. ve stavu bez magnetizace. Na tyto vzorky byl v laboratorních podmínkách nanesen povlak galvanickým niklováním. Složení niklovací lázně a hlavní parametry: 100 g·l<sup>-1</sup> NiSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O, 20 g·l<sup>-1</sup> H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> a 20 g·l<sup>-1</sup> přísada, teplota lázně  $T = 25^\circ\text{C}$ , zvolená proudová hustota  $J = 25$  mA/cm<sup>2</sup> a doba nanášení  $t = 60$  min, podle výpočtu požadované tloušťky. Na vzorku byl také proveden metalografický rozbor, při kterém byla měřena tloušťka naneseného povlaku (průměrná hodnota 34,4 μm,  $n = 10$  měření).

Povrchy vzorků před expozicí byly očištěny stejným způsobem, odmaštěny lihobenzinem. Připravené povlaky byly kovově čisté, mírně lesklé a na jejich povrchu se vyskytovaly slabé rysky, jako stopy po posuvu magnetu při jeho obtížném oddělování od druhého magnetu anebo feromagnetické oceli. Vybrané vzorky (hranoly, válce) byly exponovány v atmosféře se solnou mlhou podle ČSN ISO 9227 [11]. V komoře byla teplota udržována na 35°C, relativní vlhkost 100% a

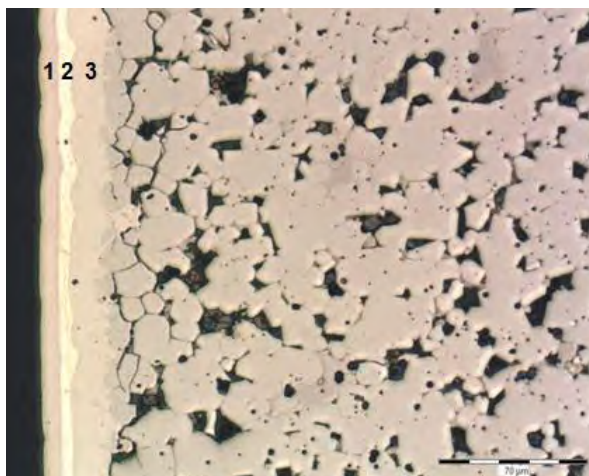
solná mlha byla vytvořena rozprašováním 5% neutrálního vodného roztoku chloridu sodného.

Magnetický hranol byl vystaven působení solné mlhy po celkovou dobu 240 h. Po expozici 120 h v korozní komoře byl ze vzorku odebrán menší zkušební vzorek, na kterém byl proveden metalografický rozbor a měřena celková tloušťka naneseného povlaku i jednotlivých mezivrstev a bylo hodnoceno vzniklé korozní poškození.

Vzhledem k tomu, že na komerčním magnetu NdFeB nebyly známé vlastnosti nanesených galvanických povlaků (vrstev), byly provedeny jejich chemické analýzy a metalografické rozборы. Chemická mikroanalýza, metalografie a fotodokumentace byla provedena v laboratořích Katedry materiálového inženýrství VŠB–TU Ostrava. Vzorky byly sledovány na skenovacím elektronovém mikroskopu vybaveném rentgenovým analyzátořem JEOL JSM – 649 OLV. Fotodokumentace nanesené galvanické vrstvy v řezu byla zhotovena na světelném mikroskopu OLYMPUS IX 70. S ohledem na poměrně silné a rušivé magnetické pole byla mikroanalýza vzorku hranolu obtížná a složení povlaku bylo stanoveno po jeho oddělení od magnetu. Pomocí rtg. mikroanalýzy nebylo tedy možno zjistit chemické složení jednotlivých fází základního zmagnetovaného materiálu (rozmazaný obraz na řádkovacím elektronovém mikroskopu, ovlivnění pohybu elektronů Lorentzovou silou). Pro spolehlivou mikroanalýzu je třeba provést demagnetizaci vzorku. Na válcovitém vzorku proběhly analýzy bez problému. Gravimetrickou metodu nebylo možno použít, neboť měřené hodnoty hmotnosti byly závislé na poloze, orientaci a tedy interakci magnetu (rozdíly řádově v 0,01-0,1 g).

## Popis a diskuse výsledků

Struktura základního materiálu NdFeB a kovových povlaků je dokumentována na obr. 1 a dále obr. 4-7.



Obr. 1 Příklad galvanického povlaku Ni/Cu/Ni na magnetu NdFeB (hranol), povrch leštěný

Fig. 1 Example of galvanic Ni/Cu/Ni coating on the NdFeB magnet (prism), polished surface

Na metalografických snímcích bílé oblasti (zrna, částice prášku) odpovídají magnetické fázi typu Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B a tmavé útvary mohou být póry anebo anodické fáze bohaté na Nd, které snadno podléhají korozi. Přítom jejich rozpouštění podporuje působení galvanických článků ve vodném prostředí. Hodnoty standardního potenciálu Ni ( $E^{\circ} = -0,25$  V, vzhledem k SHE, standardní vodíková elektroda) a mědi ( $E^{\circ} = +0,34$  V) jsou mnohem vyšší než u základního materiálu NdFeB (kde  $E^{\circ}(\text{Fe}) = -0,44$  V,  $E^{\circ}(\text{Nd}) = -2,4$  V a  $E^{\circ}(\text{Pr}) = -2,47$  V), takže zde existuje nebezpečí působení galvanického článku při průniku vodného prostředí průchozími póry nebo trhlinami v povlaku anebo po místním mechanickém poškození. Obecně povlaky složené ze tří vrstev (Ni/Cu/Ni) obsahují zpravidla méně průchozích pórů než povlaky složené s jedné vrstvy (Ni) při stejné celkové tloušťce a technologii. Poskytují tedy lepší bariérovou ochranu. Povlaky složené s Ni anebo Cu jsou katodické vzhledem k základnímu magnetickému materiálu (NdFeB) a při narušení jejich celistvosti (průchozí póry, trhliny, mechanické poškození) tedy urychlují korozi základního materiálu, včetně podkorodování povlaku v daných prostředích.

Výhodou kombinovaného triplexního povlaku (3 vrstvy) je tedy možnost splnění více požadavků nebo funkcí: zvýšení ořezuvzdornosti (Ni) anebo vzhledu vnější vrstvou, zvýšení houževnatosti a korozní odolnosti střední vrstvou (Cu) a zvýšení přilnavosti pomocí vnitřní vrstvy, apod.

Tab. 1 Chemické složení galvanického povlaku z hranolu (průměrné hodnoty z 5 měření)

Tab. 1 Chemical composition of galvanic coating from the prism (mean values of 5 measurements)

Místo v povlaku	Chemické složení [hm. %]		
	Fe	Ni	Cu
1 (vrchní)	1,58	98,42	-
2 (střední)	-	2,02	97,98
3 (vnitřní)	3,57	96,43	-

Poznámka: Tloušťka povlaků a vrstev byla měřena na metalografických výbrusech vzorků v laboratoři KMI 636 VŠB–TU Ostrava. Měření tloušťky nanesených galvanických vrstev byla provedena pomocí programu Quick PHOTOPRO 2.1.

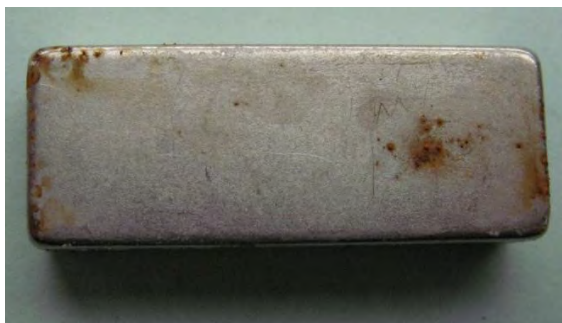
Tab. 2 Výsledky měření tloušťky naneseného povlaku a mezivrstev Ni/Cu/Ni (hranol, pro n = 10 měření)

Tab. 2 Results of thickness measurement of coating and of interlayers Ni/Cu/Ni (prism, n=10 measurements)

charakteristika měření	celková	vnější	střední	vnitřní
	tloušťka	vrstva	vrstva	vrstva
střední hodnota [ $\mu\text{m}$ ]	<b>30,61</b>	<b>9,41</b>	<b>5,87</b>	<b>15,58</b>
směrodatná odchylka	0,86	0,45	0,75	1,28

Během poměrně krátké expozice 24 hodin v solné mlze vznikaly na povrchu hranolu rezavé body a skvrny,

pravděpodobně v místech vad povlaku, obr. 2 (např. průchozí póry). Změny odstínu a lesku nebyly pozorovány vzhledem k referenčnímu vzorku. Po 120 hodinách expozice došlo na výrobku k mírnému rozvoji korozního napadení - přibýlo několik rezavých bodů a některé původní byly větší, ve srovnání s obr. 2. Na bočních stěnách korozní napadení bylo mnohem menší. Po této době expozice byl z křehkého hranolu odebrán (ulomen) menší vzorek pro rozbor.



Obr. 2 Magnet tNdFeB s povlakem Ni/Cu/Ni a projevy koroze po expozici 24 hodin v solné mlze

Fig. 2 Magnet made of NdFeB with Ni/Cu/Ni coating and signs of corrosion after exposition of 24 h in salt spray

V místě mechanického poškození povlaku při odběru vzorku bylo pozorováno poměrně rychle podkorodování, nadzvedávání a částečné odlupování povlakového systému (prohlídka po 24 hod expozice od ulomení). Po expozici 240 hodin v korozní komoře bylo pozorováno nadzvedávání a výrazné odlupování povlaku, obr. 3. Oddělování a srolování části povlaku je obvykle způsobeno jeho vnitřním pnutím. Souběžně došlo také k intenzivní rovnoměrné korozi základního materiálu NdFeB.

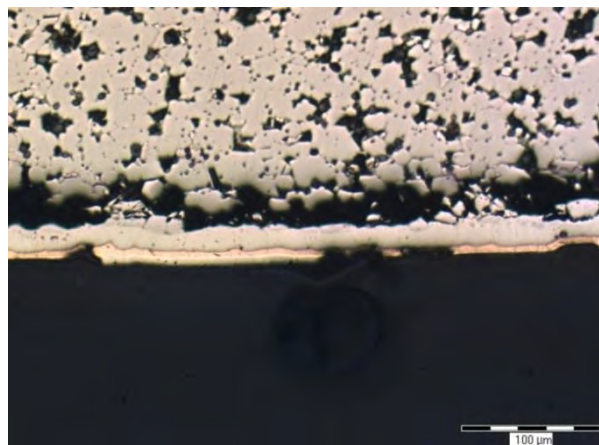


Obr. 3 Magnet ve tvaru hranolu s poškozeným povlakem Ni/Cu /Ni, pohled na boční stěnu, po expozici 240 hod.

Fig. 3 Magnet in the shape of prism with damaged Ni/Cu /Ni coating, view of the side wall, after exposition 240 h.

Nerovnoměrná koroze postupovala rychleji na největší ploše (orientované kolmo k magnetické indukci) ve srovnání s bočními menšími stěnami orientovanými přibližně rovnoběžně s polem. Vzorky byly co 24 hodin kontrolovány a otáčeny, vzhledem ke spádu solné mlhy. Na povlaku Ni/Cu/Ni byla po expozici v korozní komoře pozorována nerovnoměrná, hlavně důlková koroze, na části povlaku, viz. obr. 4 a 5. Dále bylo detekováno v některých místech podkorodování povlaku. Na obr. 4 a 5. je vrchní vrstva niklového

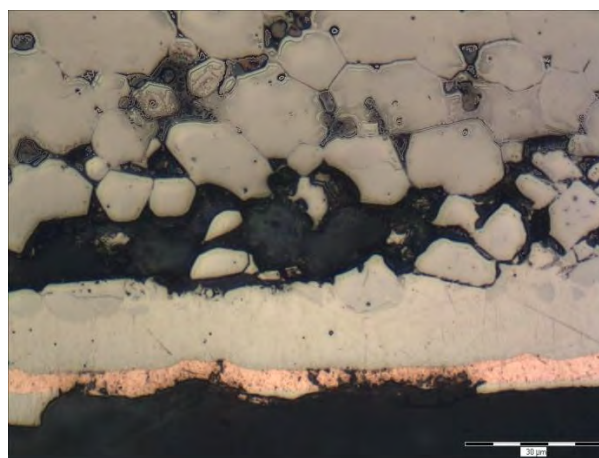
povlaku značně zkorodována (rozpuštěna), dále je zde patrné částečné korozní napadení střední vrstvy mědi a projevy podkorodování povlaku Ni/Cu/Ni.



Obr. 4 Korozní napadení povlaku a základního materiálu, po expozici 120 hodin v solné mlze, povrch leštěný

Fig. 4 Corrosion attack of coating and base material, after exposition of 120 h. in salt spray mist, polished section

Na obr. 5 je zobrazen detail korozního napadení, přitom pod naneseným povlakem jsou zviditelněny hranice zrn, resp. narušení soudržnosti mezi práškovými částicemi (zrny) a pravděpodobně mezi povlakem a základním materiálem. Dekoheze (separace) mezi jednotlivými vrstvami v povlaku nebyla pozorována.



Obr. 5 Detail korozního napadení povlaku (vnější a střední vrstvy), po zkoušce v solné mlze 120 h., leštěný povrch

Fig. 5 Detail of corrosion attack of coating (outer and intermediate layer), salt spray test 120 h, polished surface

Podle obr. 4 a 5 je dále patrné, že ušlechtilá měď tvoří určitou bariéru proti korozi, přitom je katodicky chráněna vnější vrstvou Ni, která vykazuje tendenci k rozpouštění podél povrchu při působení bimetalového článku Cu/Ni. Výsledkem je zpomalení průniku koroze do hloubky povlaku, oddálení jeho perforace i koroze základního materiálu. Podobné chování bylo zjištěno na dalších výrobcích a vzorcích s povlakem Ni/Cu/Ni [10]. Na korozní odolnost povlaku má pravděpodobně vliv směr a intenzita vlastního magnetického pole permanentního magnetu. Podobně při galvanickém

nanášení kovu na permanentní magnety, zejména silné magnety typu NdFeB, je možno očekávat působení obou sil vyvolaných magnetickým polem a tendenci k vytváření nerovnoměrného povlaku [7].

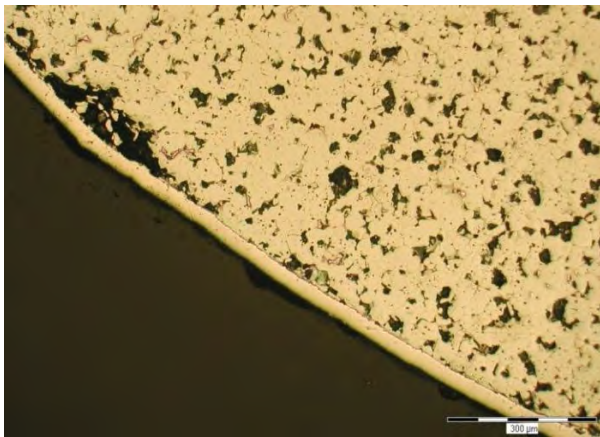
Při nevhodných předúpravách povrchu (odmaštění, moření anebo dekapování) mohlo docházet k pronikání vodíku u povrchu materiálu NdFeB a narušení soudržnosti zrn s možností jejich vypadnutí při přípravě metalografického výbrusu.

Na válcovitém vzorku bylo zjištěno mikroanalýzou složení hlavní fáze (světlé na obr. 6 a 7). Průměrné hodnoty obsahu prvků v % hm.: 72,3% Fe, 20,6% Nd, 5,8% Pr, a 1,3% Al (tj. v at. %: 84,7% Fe, 9,33% Nd, 2,70% Pr a 3,3% Al), což odpovídá magnetu typu (NdPr)<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B.

Poznámka. Obsah bóru bývá obvykle kolem 0,6 % hm. v relaci se stechiometrickým vzorcem Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B.

Druhá minoritní tmavá fáze obsahuje 64,3% Nd, 32,7% Pr, 2,34% Fe a 0,743% Al (hm. %). Nejasný je původ anebo úloha malého množství hliníku detekovaného v obou fázích. V niklovém povlaku bylo zjištěno v průměru 3,1% kobaltu.

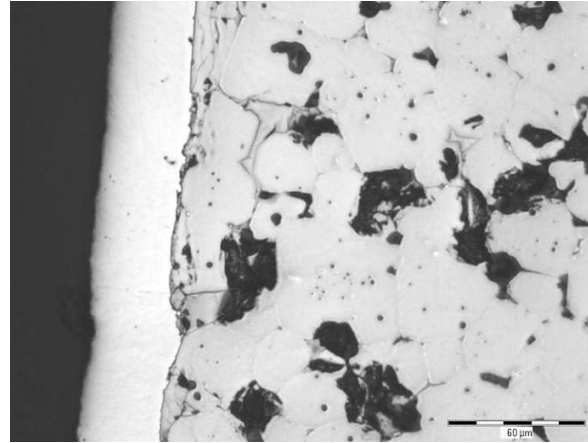
Galvanicky nanesená vrstva povlaku typu Ni se v místě výbrusu jevila po celém svém obvodu celistvá a rovnoměrná. Pouze v jednom místě (obr. 6) bylo detekováno vypadávání zrn základního materiálu pod rovnoměrně naneseným povlakem.



Obr. 6 Nanesený povlak Ni a neclístitost, povrch leštěný  
Fig. 6 Applied Ni coating and discontinuity, polished surface

Metalografické výbrusy byly vedeny místy s korozním napadením. Je pravděpodobné, že existují místa, kde došlo k průniku koroze celým povlakem k základnímu materiálu, což se projevilo vznikem hnědých korozních produktů fázi bohatých na železo (typu Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B) a později nadzvedávání a odlupování povlaku (obr. 6-8). Pro srovnání, čistý neodým tvoří světlé šedé korozní produkty (hydroxidy Nd(OH)<sub>3</sub> vznikající v laboratorní atmosféře).

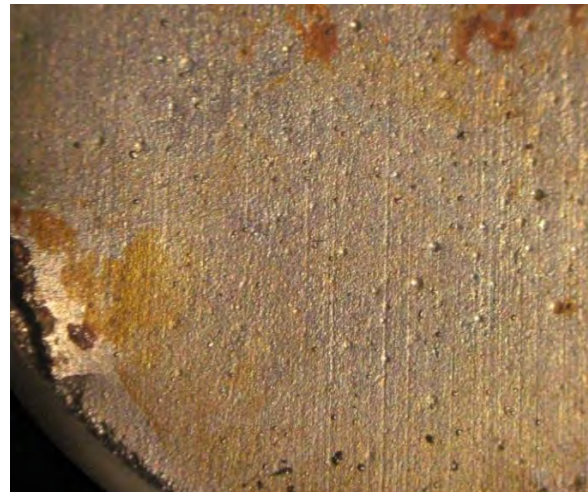
Z porovnání vzorků hranolu a válce plyne, že vyšší korozní odolnost vykazoval výrobek s kombinovaným



Obr. 7 Detail galvanického povlaku Ni na materiálu NdPrFeB před magnetizací, povrch leštěný

Fig. 7 Detail of galvanic Ni coating on NdPrFeB material before magnetization, polished section

povlakem Ni/Cu/Ni, při srovnatelné tloušťce (≈30 μm) s povlakem Ni. Vnitřní struktura a přísady niklových povlaků ovlivňují hlavně vnější vzhled (lesklý, matný povrch, barevný odstín) a v některých případech mohou přispět ke korozní odolnosti a zvýšení ořezuvzdornosti.



Obr. 8 Část povlaku Ni na válci (Ø8 mm) NdFeB po expozici v solné mlze (48 h.). Korozní body, praskání a nadzvedávání povlaku u hrany

Fig. 8 Part of the coating on cylinder (Ø8 mm) NdFeB after salt spray test (48 h.). Corrosion pits, cracking and lifting of the coating at the edge

Měkčí a silnější povlaky mohou tlumit nárazy magnetů při silném přitahování a zamezit vzniku trhlin nebo vyštípnutí části křehkého magnetu u povrchu. Povrchové póry ve slinutém magnetu (jako prohlubně) mohou přispět k mechanickému zakotvení povlaku a tím ke zvýšení jeho přilnavosti.

## Závěr

V práci byly ověřovány protikorozní vlastnosti galvanicky nanesených povlaků na magnetech typu NdFeB, vyráběných sinterováním. Konkrétně byly

zkoumány povlaky na bázi niklu (typu Ni/Cu/Ni a Ni), které jsou často nanášeny na hranoly a válce z uvedeného magnetického materiálu. Chemické složení povlaků a základního materiálu bylo stanoveno, resp. zjišťováno pomocí rentgenové mikroanalýzy, přitom byla zjištěna základní magnetická fáze typu Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B, resp. (NdPr)<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B. V povlacích na bázi niklu byly identifikovány příměsi Fe a Co. Korozní odolnost vybraných vzorků, testovaných podle ČSN ISO 9227 v solné mlze, byla poměrně nízká. Na základě metalografického rozboru a výsledků testu bylo potvrzeno anebo prokázáno, že celková tloušťka povlaku Ni anebo tloušťka jednotlivých vrstev v kombinovaném povlaku Ni/Cu/Ni nebude mít zásadní vliv na korozní odolnost NdFeB magnetu. Důležitá je přilnavost povlaku a výskyt průchozích pórů anebo podobných necelistvostí v povlaku, které umožňují jeho podkorodování při spolupůsobení bimetalového korozního článku. Pro zvýšení ochranné účinnosti povlaků je nutno také omezit nebo eliminovat vliv vodíku při předúpravách povrchu a při vlastním pokovení NdFeB.

#### Poděkování

Autoři článku děkují za institucionální podporu Regionálního materiálově technologického výzkumného centra (RMTVC) a to projektu č. CZ.1.05/2.1.00/01.0040.

#### Literatura

- [1] GUTFLEISCH, H O., WILLARD, M. A., BRUCK, E. et.al. Magnetic Materials and Devices for the 21st Century: Stronger, Lighter, and More Energy Efficient. *Advanced Materials*, 2010, vol. 20, p. 1-22.
- [2] <[http://cs.wikipedia.org/wiki/Neodymov%C3%BD\\_magnet](http://cs.wikipedia.org/wiki/Neodymov%C3%BD_magnet)> [cit. 2012-01-15].
- [3] LACKO, R. Testovací pracoviště pro analýzu vlastností permanentních magnetů pro elektrické pohony. BP, UP Pardubice, 2011. 56 s.
- [4] <<http://www.supermagnety.cz/cz/64/magnety-ze-vzacnych-zemin/>> [cit. 2012-04-07].
- [5] <<http://www.supermagnety.cz/cz/64/toxikologie-a-radioaktivita/>> [cit. 2012-01-16].
- [6] EL-MONEIM, A., A.; GEBERT, A.; SCHENIDER, F. et.al. Grain growth effects on the corrosion behaviour of nanocrystalline NdFeB magnets [online]. c2002, [cit. 2012-02-25]. ISSN 0010-938X.
- [7] SUEPTITY, R., KOYA, J., UHLEMANN M. et.al. *Electrochimica Acta* 54 (2009), 2229.
- [8] BELYAJEV I. KOLCHUGINA N., KURSA, M., LASEK, S. aj. Structural and Corrosion Properties of Al-Zn Protective Coating for Nd-Fe-B Permanent Magnets. *Hutnické listy*, 2011, roč. LXIV, č. 3, s. 59-65, ISSN 0018-8069
- [9] LASEK, S., SKOTNICOVÁ K. KURSA M. Comparison of Corrosion Resistance of NdFeB Magnet Type with Protective ZnAl Coating and Related Metals in Selected Environments. *Metallurgical Journal*, 2012, vol. LXV, no. 5, p. 41-45, ISSN 0018-8069
- [10] DOBROVODSKÁ N., Protikorozní povlaky na magnety typu NdFeB. Diplomová práce, VŠB-TU Ostrava, 2012, 62 s.
- [11] ČSN ISO 9227– Korozní zkoušky v umělých atmosférách. Zkoušky solnou mlhou. ČNI, 119, 13 s.

---

## Nová mořící linka a válcovací tandem v Číně

VAMA to install pickling line and tandem cold-rolling mill. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 11-12

Firma Valin Arcelor Mittal Automotive Steel (VAMA) objednala u firmy Simens VAI Metals Technologies mořící linku a tandem pro válcování za studena. Zařízení bude součástí nově budovaného komplexu válcovny za studena, která se staví v provincii Hunan. Obě zařízení budou mít společný dvoustupňový automatizační systém. Po dokončení, které je plánováno na polovinu r. 2014, se počítá s výrobností 1,5 mil. t/rok pásu válcovaného za studena především pro automobilový průmysl.

LJ



## Aplikační možnosti techniky GDOS v povrchové analýze

### Application Possibilities of GDOS Technique in Surface Analysis

**RNDr. Miloš Vaniček, Ing. Karel Malaník, CSc., RMTVC, MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM, s.r.o., Ostrava, detašované pracoviště VÚHŽ a.s., Dobrá**

*Vlastnosti materiálů a produktů závisí významně na stavu povrchu. Vrstvy vznikající interakcí základního materiálu s prostředím mohou být řízeny za účelem dosažení požadovaných vlastností, mohou se však stát i zdrojem nežádoucích problémů vedoucích až k poruchám a haváriím. Jednou z vhodných metod k hodnocení chemického složení povrchových vrstev na různých typech kovových i nekovových materiálů je optická emisní spektrometrie s buzením doutnavých výbojem (GDOS). Tato technika umožňuje provádět profilovou prvkovou analýzu i velmi tenkých povrchových vrstev, včetně stanovení chemického složení přechodových vrstev a substrátu.*

*Článek prezentuje možnosti, dosavadní výsledky a získané poznatky na pracovišti GDOS Laboratoře povrchových analýz a koroze, která byla vybudována v rámci Regionálního materiálově technologického výzkumného centra jako detašované pracoviště MMV s.r.o. v areálu VÚHŽ a.s. v Dobré. Jako příklady aplikačních možností jsou uvedeny výsledky analýz povlaku PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition) a tenkých oxidických vrstev na korozivzdorných ocelích. Práce byly provedeny v rámci výzkumu a vývoje metodik profilové analýzy legovaných ocelí a plazmatických povlaků. Zavedené metody budou využity zejména při optimalizaci technologie povlakování metodami PVD, PACVD a CVD, v případě analýzy oxidických vrstev budou aplikace zaměřeny na hodnocení účinnosti chemického zpracování povrchu (mořících postupů, nitridace apod.).*

*Material properties and quality of products depend significantly on the state of surface. Layers formed by an interaction between the base material and environment can be controlled in order to achieve the desired properties but in many cases the layers can on the contrary cause serious problems leading to failures and accidents. One of the appropriate methods for the evaluation of the chemical composition of surface layers on various types of metallic and non-metallic materials is glow discharge optical emission spectrometry (GDOS). This technique makes possible to carry out the elemental profile analysis i.e. of very thin surface layers including the determination of the chemical composition of the transition layers and substrate.*

*The paper presents the possibilities, results and knowledge obtained in the department GDOS - Laboratory of surface analysis and corrosion, which was established within the Regional materials science and technology centre as a detached workplace of the MATERIAL & METALLURGICAL RESEARCH Ltd. in the premises of VÚHŽ Inc. in Dobrá. Examples of GDOS application possibilities – results of analysis of PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition) coating and thin oxidic layers on stainless steels are presented. The testing was performed within the research and development of methodologies for depth profile analysis of alloy steels and plasma coatings. The established methods will be used especially for optimizing the CVD, PACVD and PVD coating technologies, in the case of oxidic layer testing the application will be focused on the efficiency evaluation of the chemical surface treatment (e.g. pickling procedures, nitriding).*

Požadavky na stálé zvyšování užitečných vlastností kovových materiálů mimo jiné vyžadují i vedení technologických procesů tak, aby definované fyzikálně metalurgické parametry byly dosahovány v celém objemu materiálu, přičemž jedním z rozhodujících kritérií je homogenita chemického složení. Tato se zpravidla pohybuje v úzkých mezích vyjma povrchu, který může mít odlišné složení, jednak v důsledku výrobních operací a provozního prostředí, jednak v důsledku řízených změn. Tloušťka a složení povrchových vrstev tak může vykazovat značné rozdíly. Příčinami pak může být zejména přítomnost koncentračních gradientů některých prvků, svou roli zde mohou uplatňovat také změny fázového složení daného

materiálu. A právě zde, ale nakonec i pro řešení celé řady dalších problémů nalezla velmi dobré uplatnění metoda optické emisní spektrometrie s buzením doutnavým výbojem (GDOS). Spektrometr GDOS s možností provádění profilové analýzy ve většině případů nebývá běžným vybavením analytické laboratoře, avšak její specifika, význam a široké aplikační možnosti si rozhodně zaslouží větší publicitu. Na druhou stranu je zapotřebí připomenout, že tato technika je v řadě případů úspěšně využívána jak ve výzkumu a vývoji, tak při řešení celé řady technologických problémů ve výrobě. Rozsah uplatnění rozšiřuje i skutečnost, že v případech analýzy povrchů a hloubkových koncentračních profilů lze mimo běžně

stanovované prvky analyzovat i nekovy (např. dusík, kyslík, vodík, chlor), samozřejmě pokud má daný spektrometr tyto analytické kanály nainstalovány.

Vzhledem k významu a aplikačním možnostem se spektrometr GDOS stal jedním z klíčových zařízení Laboratoře povrchových analýz a koroze (LPAaK), vybudované jako detašované pracoviště společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. v areálu VÚHŽ a.s. Dobrá v rámci řešení projektu Regionální materiálově technologické výzkumné centrum (OP VaVpl).

## Metoda GDOS

Techniku GDOS lze pro analytické účely využívat v několika režimech:

- stanovení objemového chemického složení kovových materiálů (BULK) – ve své podstatě představuje kvantitativní stanovení hlavních, vedlejších i stopových prvků v dané matici
- stanovení objemového chemického složení do hloubky v téže analytické stopě (BULK - „pseudoprofil“)
- analýza hloubkových koncentračních profilů v kvalitativním modu (SDPA)
- analýza koncentračních profilů s prezentací výsledků v částečně kvantifikované podobě
- analýza hloubkových koncentračních profilů v kvantitativním modu (QSDPA)

Při buzení doutnavým výbojem dochází díky geometrii výbojky a procesu odprašování k poměrně rovnoměrné erozi povrchu vzorku a analytickou stopou je válcovitý kráter s téměř plochým dnem. Skutečnost, že v průběhu analýzy vzniká emisní signál z té vrstvy atomů, která byla právě v tomto okamžiku odprašena, lze velmi dobře využít při analýze povrchových vrstev a snímání hloubkových koncentračních profilů, které lze provádět jak v kvalitativní, tak v kvantifikované podobě. Nezanedbatelnou výhodou je zde i skutečnost, že mimo analyticky zcela běžné prvky může podat informace i o takových elementech jako jsou např. vodík, dusík, kyslík, chlor.

V řadě případů je naprosto postačující kvalitativní analýza hloubkového profilu (SDPA), kdy výsledný záznam vyjadřuje závislost relativních intenzit příslušných analytických čar jednotlivých prvků na čase analýzy. Tato aplikace obecně umožňuje získat základní údaje o poměrech v povrchových vrstvách. Základem je v tomto případě informace zda sledovaný prvek v analyzované oblasti vykazuje, či nevykazuje koncentrační gradient, v kladném případě pak zda se jedná o ochuzení respektive obohacení prvku vůči jeho koncentraci v matici.

Složitější záležitostí je pak kvantitativní analýza hloubkového profilu (QSDPA), kdy kalibrací jsou hodnoty intenzit čar jednotlivých prvků přepočteny (kvantifikovány) na hodnoty koncentrací a časová osa je transformována na hloubkovou. Využití této modifikace profilové analýzy se uplatňuje v těch případech, kdy i přes určité problémy (např. zajištění vhodných RM, změny odprašovacích rychlostí při přechodu z jednoho typu matrice na druhou) se získají informace takového charakteru, které jinými metodami v tomto rozsahu prakticky nelze obdržet.

Samozřejmě nelze opomenout skutečnost, že to, jak stav povrchu analyzovaného vzorku koresponduje s výsledky analytickými, je do značné míry odvislé od způsobu odběru a přípravy vzorků. Vzorek pro analýzu povrchu musí být dostatečně rovinný, neporézní, bez trhlin a lunkrů, alespoň částečně vodivý. Je snaha jeho odběr provádět tak, aby nedošlo k mechanickému poškození povrchu, kontaminaci cizorodými médii ani většímu tepelnému ovlivnění materiálu. Jelikož jsou při této analytické aplikaci analyzovány povrch a podpovrchové vrstvy, může pak nedodržení výše uvedených zásad vést k vyslovení závěrů zavádějících, v hraničních případech i chybných.

## Princip metody:

Základem budícího zdroje spektrometru s doutnavým výbojem je tzv. Grimmova lampa, která obsahuje dvě symetrické elektrody (katoda, anoda). Systém elektrod je tvořen izolovanými a vodou chlazenými deskami ze slitin na bázi mědi. Anodová deska je osazena vyměnitelnou válcovou dutou anodou – nejčastěji je osazována anodou Ø 4 mm. Plochý vodivý vzorek je ukládán na katodu (tepelný i elektrický kontakt), přičemž analyzovaný povrch je od okolní atmosféry chráněn těsnícím o-kroužkem. Vnitřní prostor výbojky se vyčerpá na tlak < 1 Pa, poté se prostor naplní argonem na konstantní tlak několika desítek Pa resp. 100Pa. V úzké štěrbině mezi katodou a anodou (0,1 – 0,2 mm) se vytvoří velký gradient tlaku, přičemž vložením vysokého napětí mezi anodu a katodu se zapálí výboj, který je omezen pouze na kruhovou plošku ohraničenou vnitřním průměrem anody. V důsledku záporného potenciálu vzorku dochází k urychlování argonových iontů vznikajících srážkami elektronů s atomy argonu. Při dopadu na vzorek je kinetická energie iontů předána povrchu vzorku, což vede ke složitému mechanismu uvolňování atomů z povrchu. Tento proces se označuje jako katodické odprašení. Uvolněné atomy po následné excitaci ve výboji se vrací do základního stavu a vysílají charakteristické záření – atomové emisní spektrum. Takto vzniklé záření vstupuje okénkem do optického spektrometru a je využito pro analýzu.

Vlastní spektrometr v klasickém uspořádání Paschen-Runge má na Rowlandově kružnici umístěny vstupní štěrbinu, konkávní dispersní mřížku, výstupní štěrbinu i

jednotlivé fotonásobiče. Spektrometr je pevně spojen se zdrojem doutnavého výboje, čímž je dosažena stabilní poloha optické osy mezi zdrojem a Rowlandovou kružnicí. Vakuum je ve většině případů zajišťováno dvěma rotačními vývěvami, zvláště pro zdroj doutnavého výboje a pro čerpání komory spektrometru.

Detailní informace o této zkušební technice lze nalézt v publikacích [1, 2]. O významu profilové analýzy metodou GDOS pro hodnocení povrchových vlastností materiálů a produktů svědčí řada aktuálních prací [3 – 10].

## Aplikační možnosti GDOS v profilové analýze

Pro ilustraci nástinu praktických aplikačních možností analytické techniky optické emisní spektrometrie s buzením doutnavým výbojem (GDOS) lze uvést následující skupinu tematických okruhů:

- hodnocení povrchových úprav (např. zinkování, niklování, fosfátování, chromátování)
- studium problematiky nauhličování a oduhličování
- sledování a kontrola procesů nitridace
- studium povlaků CVD, PVD, termických nástřiků [např. vrstev na bázi Ti(C,N), CrN]
- vyhledávání zdrojů a stanovení stupně znečištění povrchu materiálů při užití stávajících a nově zaváděných technologií
- sledování účinnosti mořících postupů a eventuelní kontaminace povrchu
- kontrola tvorby resp. odstraňování oxidických vrstev při termických úpravách
- kontrola procesu při výrobě plechů s řízeným gradientem chemického složení
- sledování stavu povrchu při řízeném termickém rozkladu nepříznivých oxidických vrstev a vlivu termických úprav na charakter a tloušťku oxidických vrstev
- výroba plechů s řízeným gradientem chemického složení
- charakterizace a identifikace povrchových vad polotovarů a výrobků
- sledování některých druhů korozního napadení a zlepšení protikorozních vlastností materiálů
- kontrola stavu povrchu vzorků pro chemické a metalografické zkoušení v návaznosti na způsob jeho odběru a přípravy

- řízené odprašování materiálu vzorku pro metalografická pozorování struktury

Výše uváděný výčet okruhů samozřejmě není vyčerpávající. Aplikační využití je směřováno nejen do sledování a kontroly rutinních záležitostí, ale v širší míře je lze očekávat především při podpoře vývoje a výzkumu, zvláště při vývoji progresivních materiálů a "advanced" technologií. Vyšší zapojení analytické techniky GDOS se nabízí např. při studiu souvislostí mezi chemickým a fázovým složením matričních materiálů, podmínkami vzniku a charakterem povrchových vrstev, s dopadem na jejich teplotní, mechanickou i korozní odolnost.

## Laboratoř povrchových analýz a koroze/ pracoviště GDOS – dosažené výsledky

Výzkum metodik je orientován v návaznosti na aplikační potenciál širokého spektra problémů z oblasti vývoje nových materiálů a technologií, optimalizaci podmínek technologických procesů, povrchových úprav, návrhů materiálových řešení pro nasazení v náročných prostředích, sledování procesů degradace, stárnutí, poruchovosti... Je zaměřen na aktivity programů řešených v rámci RC a kooperaci s externími subjekty (např. VÚHŽ a.s. – plazmatické povlaky), dle aktuálních požadavků na strojírenské podniky, automobilový průmysl a jejich subdodavatele.

Vybavení LPAAK – spektrometr GDOS, ŘEM/EDS, WDS. EBSD, korozní a klimatická komora - umožňuje provádět komplexní hodnocení povrchu materiálů včetně odezvy jejich chemického složení a mikrostrukturního stavu v chemické a korozní odolnosti za různých podmínek.

Pracoviště GDOS bylo vybaveno optickým emisním spektrometrem LECO GDS850A, zařízením pro měření hloubky krátera a pro přípravu vzorků. Optický emisní spektrometr s buzením doutnavým výbojem je charakterizován uspořádáním Paschen-Runge s ohniskovou vzdáleností 750 mm (Rowlandova kružnice), dispersním systémem holografické mřížky (2400 vrypů) a rozlišením 0,025 nm, umožňující analytickou práci ve vlnovém rozsahu 119-600 nm. Základní analytickou sestavu představuje především 37 nainstalovaných analytických kanálů, stejnosměrný budící zdroj (DC) a osazení anodou Ø 4 mm. Jako alternativní aplikace lze však po přeinstalaci používat i vysokofrekvenční (RF) budící zdroj, umožňující analýzu nevodivých vzorků (organické povlaky, skla, keramiky) popř. i další alternativní typ anody (Ø 2 mm). Vakuumový systém spektrometru je duální. Jedna rotační olejová vývěva čerpá výbojku (GDS zdroj), druhá pak spolu s turbomolekulární pumpou vlastní komoru spektrometru. Jako pracovní plyn se pro analytické aplikace užívá argon čistoty min. 99,998 % (40 psi/2,76 bar ± 10 %). Pro pneumatický systém se

užívá stlačený vzduch nebo inertní plyn (40 psi/2,76 bar), bez příměsí vody resp. oleje.

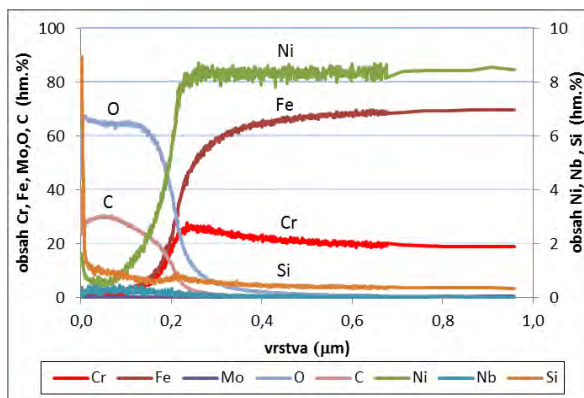
V rámci řešení výzkumného programu aplikací techniky GDOS byla první fáze zaměřena na rozšíření poznatků v oblasti:

- měření hloubkových koncentračních profilů v modu SDPA a. QSDPA
- sledování vlivu podmínek buzení na odprašovací charakteristiky fází
- možnosti stanovení hloubky analytických stop a vizualizace strukturních charakteristik včetně lokální mikroanalýzy kráteru
- optimalizaci podmínek odprašování za účelem dosažení hloubkové odezvy i pro velmi tenké vrstvy

Byly sledovány jevy, které významně ovlivňují podmínky a možnosti těchto analýz. Výzkum byl zaměřen na optimalizaci podmínek profilové analýzy a byl prováděn s podporou ŘEM a elektronové mikroanalýzy.

Jako příklady vyvinutých metodik profilové analýzy jsou uvedeny konkrétní aplikace – prvkové koncentrační profily tenkých oxidických vrstev a plazmatických povlaků.

Na obr. 1 jsou prezentovány výsledky analýzy hloubkového profilu tenké oxidické vrstvy na korozivzdorné oceli typu 304L (broušený povrch, žíhání při 540 °C).



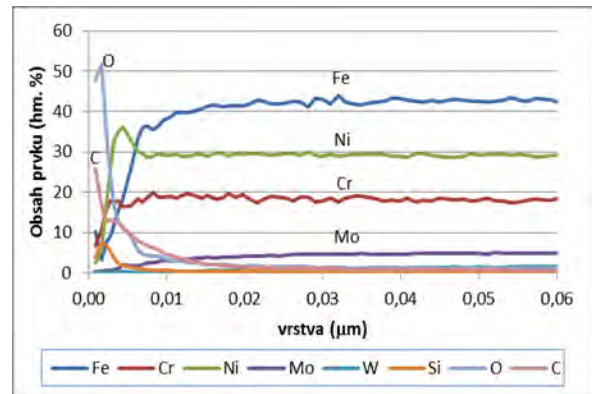
Obr. 1 Analýza tenkého oxidického filmu na korozivzdorné oceli typu 304L

Fig. 1 Analysis of thin oxide film on stainless steel type 304 L

Výsledky ukazují, že povrch je kontaminován částicemi brusiva SiC.

V rámci VaV prací byla zavedena speciální metodika umožňující analyzovat i velmi tenké vrstvy v jednotkách nm. Metodu lze využít např. k hodnocení účinnosti moření, jak je zřejmé z obr. 2. – zásadní

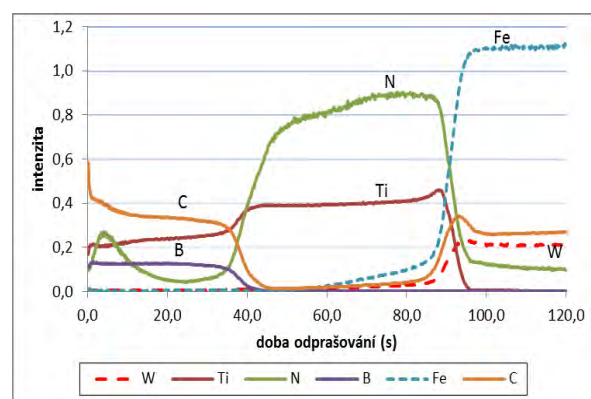
změny se projevují ve vrstvě 10 nm, ovlivnění zasahuje do 30 nm.



Obr. 2 Profilová prvková analýza vysocelegované oceli (Cr24Ni23Mo6W2Cu) po chemickém zpracování povrchu (moření v NaH)

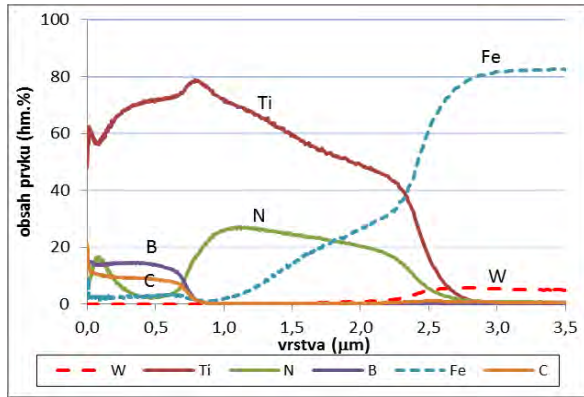
Fig. 2 Depth profile elemental analysis of high-alloyed steel (Cr24Ni23Mo6W2Cu) after surface chemical treatment (NaH pickling)

Jako další příklad aplikace výsledků VaV vývoje metodik profilové analýzy je stanovení prvkového hloubkového profilu vícevrstvého PACVD povlaku s kluznou vrstvou na bázi TiBN+TiB<sub>2</sub>/TiN. PACVD povlaky nachází uplatnění v rámci zvýšení kvality nástrojů a forem, zejména z hlediska ořezavosti, životnosti, tvrdosti, nízkého koeficientu tření a odolnosti proti nalepování. Obr. 3 prezentuje výsledky kvalitativní analýzy (SPDA – intenzita vs. doba odprašování), obr. 4 výsledky kvantitativní analýzy (QSDPA - koncentrace vs. hloubka odprašení). Kvantitativní profilová analýza je značně náročná, klade zejména nároky na SW, kalibraci a standardy. Z obr. 3 a 4 je zřejmé, že velmi užitečné údaje pro základní interpretace o charakteru vrstev a technologii procesu lze získat i z kvalitativního profilu.



Obr. 3 Analýza vícevrstvého povlaku PACVD s kluznou vrstvou (substrát nástrojová ocel) – kvalitativní analýza hloubkového profilu (SDPA)

Fig. 3 Analysis of multi-layer coating PACVD with sliding layer (on tool steel) – qualitative depth profile analysis (SDPA)



Obr. 4 Analýza vícevrstvého povlaku PACVD s kluznou vrstvou (substrát nástrojová ocel) – kvantitativní analýza hloubkového profilu (QSDPA)

Fig. 4 Analysis of multi-layer coating PACVD with sliding layer (on tool steel) – quantitative depth profile analysis (QSDPA)

## Závěr

Pracovní technika optické emisní spektrometrie s buzením doutnavým výbojem (GDOS) v poslední době nachází širší zastoupení v analytických laboratořích. Je to mimo jiné také tím, že pro svá určitá specifika a přednosti je stále v širší míře využívána pro stanovení objemového složení materiálů, ale také především při analýze a sledování hloubkových koncentračních profilů, analýze povrchu materiálů a tenkých vrstev. Uvedenou analytickou techniku lze tedy označit za velmi cennou zkušební metodu s širokým aplikačním potenciálem.

Provedené práce v rámci vybudovaného pracoviště GDOS - Laboratoře povrchových analýz a koroze tuto skutečnost plně potvrzují.

### Poděkování

Tato práce vznikla při řešení projektu č. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum“, v rámci

*Operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace, financovaného ze strukturálních fondů EU a ze státního rozpočtu ČR.*

### Literatura

- [1] PAYLING, R., JONES, D., BENGTON, A. eds. Glow Discharge Optical Emission Spectrometry, J. Wiley, New York, 1997
- [2] WEISS, Z. Emission yields and the standard model in glow discharge optical emission spectroscopy: Links to the underlying physics and analytical interpretation of the experimental data, *Spectrochimica Acta - Part B*, 2006, Vol. 61, s. 121 – 133
- [3] VANÍČEK, M., MALANÍK, K. Aplikační možnosti GDOS při hodnocení povrchových vrstev kovových materiálů, [CD] *In METAL 2001*, Hradec nad Moravicí Tanger.
- [4] ŽÍDEK, A., VANÍČEK, M. Použití metody GDOS ke studiu povrchových vrstev pásů, *Hutnické listy*, 1998, roč. VIII, č. 4, s. 25-28
- [5] POLCAR, T., MARTINEZ, R., VÍTŮ, T., KOPECKÝ, L., RODRIGUEZ, R., CAVALEIRO, A. High temperature tribology of CrN and multilayered Cr/CrN coatings, *Surface and Coatings Technology*, 2009, Vol. 203, Iss. 20–21, s. 3254–3259
- [6] HOSSEINI, S. R., ASHRAFIZADEH, F. Accurate measurement and evaluation of the nitrogen depth profile in plasma nitrided iron, *Vacuum*, 22 May 2009, Vol. 83, Iss. 9, s. 1147-1204
- [7] FAN, A., QIN, L., TIAN, L., TAND, B. Corrosion resistance of Molybdenum Nitride modified Ti6Al4V alloy in HCL solution, *Journal of Wuhan University of Technology-Materials Science Edition*, June 2008, Vol. 23, No. 3, s. 358-361
- [8] ANDERBOUHR, S. et al. LPCVD and PACVD (Ti, Al)N films: morphology and mechanical properties, *Surface and Coatings Technology*, 1999, Vol. 115, Issues 2-3, s. 103-110
- [9] SHIMIZU, K., HABAZAKI, H., SKELDON, P., THOMPSON, G.E. Impact of RF-GD-OES in practical surface analysis, *Spectrochimica Acta - Part B*, 2003, Vol. 58, s. 1573-1583
- [10] NELIS, T., PALLOSI, J. Glow Discharge as a Tool for Surface and Interface Analysis, *Applied Spectroscopy reviews*, 2006, 41, s. 227-258

## Výstavba pánvové pece v Belgii

ArcelorMittal to install ladle furnace. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 13

Firma ArcelorMittal připravuje instalaci nové pánvové pece v závodě Ghent. Pánvovou pec pro tavby o velikosti 300 t dodává na klíč firma Tenova. Počítá se s uvedením do provozu v prosinci 2013.

LJ

# zkušebnictví, měřictví, laboratorní metody

## DSC Study of Fe–C–O Based System

### Studium systémů na bázi Fe–C–O pomocí metody DSC

Ing. Monika Žaludová, doc. Ing. Bedřich Smetana, Ph.D., Ing. Simona Zlá, Ph.D., prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc., Ing. Silvie Rosypalová, doc. Ing. Rostislav Dudek, Ph.D., prof. Ing. Karel Michalek, CSc., Ing. Karel Gryc, Ph.D., Ing. Markéta Tkadlečková, Ph.D., Ing. Petr Klus, RMSTC, VŠB-Technical University of Ostrava

*The paper deals with the study of phase transformation temperatures of Fe (Fe–C–O) based metallic alloys. Three model alloys with graded carbon and oxygen content were used for experimental investigation. Low temperature region (below 1000 °C) was the investigated area. Phase transformation temperatures were obtained using DSC (Differential scanning calorimetry) and Netzsch STA 449 F3 Jupiter laboratory system. DSC experiments of alloys were conducted under inert atmosphere (Ar 6N). Controlled heating was conducted at the rate of 4 °C min<sup>-1</sup>. Region of eutectoid transformation ( $Fe_{\alpha(C)} + Fe_3C \rightarrow Fe_{\gamma(C)}$ ), alpha-gamma ( $Fe_{\alpha(C)} \rightarrow Fe_{\gamma(C)}$ ) and transformation  $Fe_{\alpha(O)} + Fe_{0.92}O \rightarrow Fe_{\gamma(O)} + Fe_{0.92}O$  was studied. New original data (phase transformation temperatures) were obtained in this work. The relationship between shift of phase transformation temperatures and chemical composition (mainly carbon and oxygen content) is investigated in this paper. Comparison of the obtained experimental data with the data presented in the accessible literature was carried out. Experimentally obtained temperatures of phase transformations were compared with the equilibrium metastable Fe–C diagram and with the equilibrium Fe–O diagram. It follows from the literature search that there is a lack of thermo-physical and thermo-dynamical data on Fe–C–O system.*

*Slitiny na bázi Fe jsou důležitými materiály. Přesto stále neexistuje dostatek experimentálních dat popisujících termofyzikální a termodynamické vlastnosti těchto systémů. Předkládaná práce se zabývá studiem teplot fázových transformací systémů na bázi Fe (Fe–C–O). V experimentu byly použity tři modelové systémy s odstupňovaným obsahem uhlíku a kyslíku. Studium bylo zaměřeno na nízkoteplotní oblast, do 1000 °C. Byla studována oblast eutektoidní transformace ( $Fe_{\alpha(C)} + Fe_3C \rightarrow Fe_{\gamma(C)}$ ) alfa-gama transformace ( $Fe_{\alpha(C)} \rightarrow Fe_{\gamma(C)}$ ) a transformace  $Fe_{\alpha(O)} + Fe_{0.92}O \rightarrow Fe_{\gamma(O)} + Fe_{0.92}O$ . S využitím metody DSC (Differential Scanning Calorimetry) a experimentálního zařízení Netzsch STA 449 F3 Jupiter byly získány teploty fázových transformací. Při DSC analýze byla ve vnitřním prostoru pece udržována dynamická atmosféra Ar (6N). Vzorky byly analyzovány řízenou rychlostí ohřevu 4 °C min<sup>-1</sup>. Teploty fázových transformací získaných při této rychlosti ohřevu jsou blízké teplotám získaným za rovnovážných podmínek. V této práci byla získána nová původní data (teploty fázových transformací). Byla navržena následnost jednotlivých fázových transformací pro všechny vzorky. Dále byl studován vztah mezi posunem teplot fázových transformací a chemickým složením (především obsahu uhlíku a kyslíku). Nově získaná data budou sloužit k doplnění stávajících termofyzikálních dat systému Fe–C–O a následně mohou také přispět k jasnějšímu popisu a snadnějšímu pochopení složitějších polykomponentních systémů, jako jsou například oceli. Bylo provedeno porovnání experimentálně získaných teplot fázových transformací s hodnotami uváděnými v dostupné literatuře. Experimentálně získané teploty fázových transformací byly porovnávány s hodnotami uváděnými v rovnovážném metastabilním diagramu Fe–C a rovnovážném diagramu Fe–O. Rozdíly mezi experimentálně získanými teplotami a teplotami uvedenými v diagramu Fe–C jsou řádově ve °C. Vyšší rozdíl mezi teplotami byl shledán pouze u teploty ukončení alfa-gama transformace u vzorku s obsahem uhlíku 0.038hm.% (cca 10 °C). Rozdíly mezi experimentálně získanými teplotami a teplotami uváděnými v diagramu Fe–O se pohybovaly také řádově ve °C. Větší rozdíl mezi teplotami byl pozorován pouze u transformace  $Fe_{\alpha} + Fe_{0.92}O \rightarrow Fe_{\alpha}$  vzorku s nejvyšším obsahem uhlíku (0.197 hm.%) a to přibližně 20 °C. Z literární rešerše plyne, že stále existuje nedostatek termofyzikálních a termodynamických dat systému Fe–C–O.*

Iron based alloys are important materials, however, still a lack of experimental material data describing thermo-physical and thermo-dynamical properties of these alloys exist. That's why these alloys are still subject of extensive research. This paper deals with the study of phase transformations temperatures of Fe–C–O based metallic alloys in the eutectoid and alpha-gamma region. Insufficient quantity of thermo-physical and thermo-dynamical data about this system is available at present. For example the ASM international database of phase diagrams [1] contains only two isothermal sections through the ternary phase diagram of the Fe–C–O system, namely for the temperatures of 400 and 600 °C. (The same database contains more than 100 ternary diagrams for the Fe–C–Cr system.) Important data are for example temperatures and latent heats of phase transformations, heat capacities [2], surface tension. It is possible to find in available literature values of some of the above physical quantities for the Fe–C [3] and Fe–O [4] systems, however, even these available data differ [5]. One of the possibilities of obtaining the necessary data is use of computational relations [6] or simulation (computational) programs [7], such as IDS software for calculation of phase transformation temperatures and other material properties of steels and Fe–C based alloys [8, 9].

Differential scanning calorimetry (DSC) [10, 11] was used for obtaining the temperatures of phase transformations for three Fe–C–O based alloys in low-temperature region. Experimental measurements were carried out using the Netzsch STA 449 F3 Jupiter experimental equipment.

### Differential scanning calorimetry

Differential scanning calorimetry is dynamic thermal analytical method used for investigation of temperature effects of investigated sample connected with its physical, chemical or physical-chemical changes during its continuous linear heating or cooling [6]. This method is used for measurement of heat flow rate differences between investigated and reference sample. Temperature of the reference sample follows the selected temperature program, temperature of the investigated sample is subject to changes, which reflect physical and chemical transformations occurring in the sample. This method makes it possible to express all physical, chemical or physical-chemical changes that are accompanied by sufficiently big change of enthalpy [5].

### Fe–C and Fe–O systems

At present there is insufficient quantity of thermo-physical and thermo-dynamical data on the Fe–C–O system. That is why the binary systems Fe–C and Fe–O, for which substantially more data are contained in literature, were in this study taken as a basis for investigation of the Fe–C–O system.

Two important phase transformations take place in **Fe–C system** in the low-temperature region [3]. When the critical temperature, characterised by the GS curve (Fig. 1) is exceeded (cooling), alpha ferrite starts to precipitate from austenite. Alpha ferrite is paramagnetic above the temperature of 760 °C (temperature of Curie point), below this temperature it is getting ferromagnetic properties. At the temperature of 723 °C precipitation of ferrite is terminated and austenite with eutectoid concentration decomposes to a mixture of ferrite and cementite (P), see the straight line OS (Fig. 1). At the temperature, characterised by the OQ curve (Fig. 1), tertiary cementite ( $Fe_3C_{III}$ ) starts to precipitate from alpha ferrite.

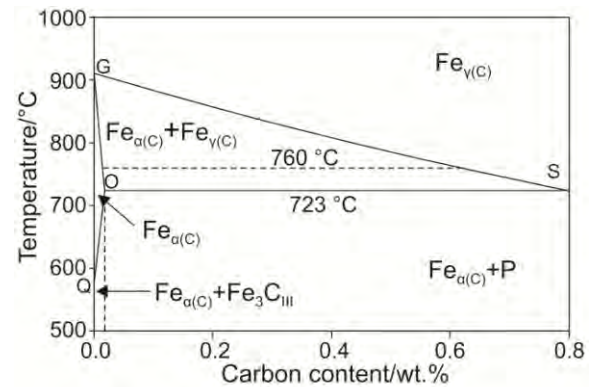


Fig. 1 Fe–C metastable equilibrium diagram  
Obr. 1 Rovnovázný metastabilní diagram Fe–C

Several important phase transformations run in the low-temperature area of the **Fe–O system** (Fig. 2) [4]. During cooling first occurs the precipitation of  $Fe_{0.92}O$  from  $Fe_{\gamma}$  in conformity with the curve AB. At the temperature of 912 °C three phase transformations run in dependence on oxygen concentration.  $Fe_{\gamma(O)}$  is in the concentration range from 0 to 0.0008 at.% O transformed to  $Fe_{\alpha(O)}$ , see the straight line CB. In the concentration range from 0.0008 to 0.0017 at.% O a transformation of  $Fe_{\gamma(O)}$  to  $Fe_{\alpha(O)}$  takes place, as well as dissolution of  $Fe_{0.92}O$ , see the straight line BD.  $Fe_{\gamma(O)}$  is in the range from 0.0017 to approx. 50 at.% O transformed to  $Fe_{\alpha(O)}$  at presence of  $Fe_{0.92}O$ , see the straight line DF.  $Fe_{0.92}O$  precipitates from  $Fe_{\alpha(O)}$  according to the straight line DE.

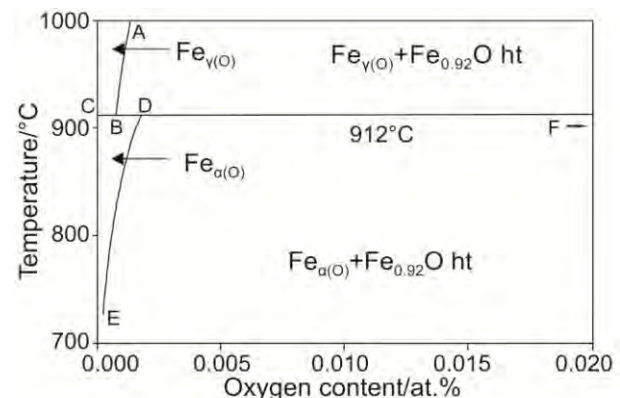


Fig. 2 Fe–O equilibrium diagram  
Obr. 2 Rovnovázný diagram Fe–O

More information about Fe–O system can be found for example in [12, 13]. The temperatures of phase transformations and concentration ranges, in which individual transformations run, differ from each other.

## Experiment

Fe based alloys with graded carbon and oxygen content, prepared in laboratory, were studied. Samples of Fe–C–O alloys were prepared by vacuum melting of ingots made of plasma prepared iron with addition of graphitic carbon. Chemical composition of the Fe plasma is given in Table 1 (Fe<sub>pl</sub>). During the melting the added carbon reacted with oxygen, that was present in

the plasma prepared iron, creating oxide of carbon (CO with high probability). The more carbon was added during vacuum melting, the more oxygen reacted with carbon, creating thus oxide of carbon (it was manifested also by an increase of pressure in vacuum furnace). Chemical composition of the analysed samples is given in Table 1. Chemical composition of samples was determined using spectrometer with spark discharge. Carbon and oxygen content in the samples was determined using combustion analysers. The samples for DSC analysis were processed into the form of cylinders with diameter of 5 mm and height of approx. 2 mm. Mass of the cylinders was approx. 150 mg.

Tab. 1 Chemical composition of the analysed samples (wt.%)  
Tab. 1 Chemické složení analyzovaných vzorků (hm.%)

Sample	C	O	O (at. %)	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	V
Fe <sub>pl.</sub>	0.01	0.110	0.3828	0.042	0.005	0.004	0.004	0.004	0.015	0.022
1	0.004	0.088	0.3065	0.009	0.004	0.004	0.007	0.002	0.023	0.007
2	0.038	0.002	0.0070	0.025	0.014	0.004	0.008	0.004	0.026	0.015
3	0.197	0.0004	0.0014	0.022	0.019	0.004	0.008	0.004	0.024	0.017

Netzsch STA 449 F3 Jupiter laboratory system for thermal analysis and DSC „S“ type (Pt/PtRh 10%) measuring rod were used for obtaining of phase transformation temperatures. The samples were analysed in corundum crucibles. An empty corundum crucible served as reference. Dynamic atmosphere of Ar (99.9999 %) was maintained in furnace during analysis in order to protect the sample against oxidation. Each alloy was analysed at the controlled heating rate 4 °C min<sup>-1</sup>.

Reference measurements were performed with use of the DTA method and Setaram SETSYS 18<sub>TM</sub> equipment at the same experimental conditions [14].

Comparison of temperatures of phase transformations obtained by DSC and DTA methods showed very good agreement (differences no more than 2 °C).

## Results and discussion

Temperatures of phase transformations were obtained on the basis of DSC curves (Fig. 3) evaluation. Figure 3 shows DSC curves obtained for the analysed Fe–C–O samples at the heating rate of 4 °C min<sup>-1</sup>. Evolution of individual DSC curves differs in dependence on carbon and oxygen content in the samples.

Eutectoid phase transformation (Fe<sub>α(C)</sub> + Fe<sub>3</sub>C → Fe<sub>γ(C)</sub>) takes place in the samples 2, 3 (Fig. 3). The sample 1 has low carbon content, and for this reason no eutectoid phase transformation took place in it (Fig. 3). Temperature of eutectoid phase transformation is marked as T<sub>EUT</sub>. Thermal effect of eutectoid phase

transformation increases with the increasing carbon content.

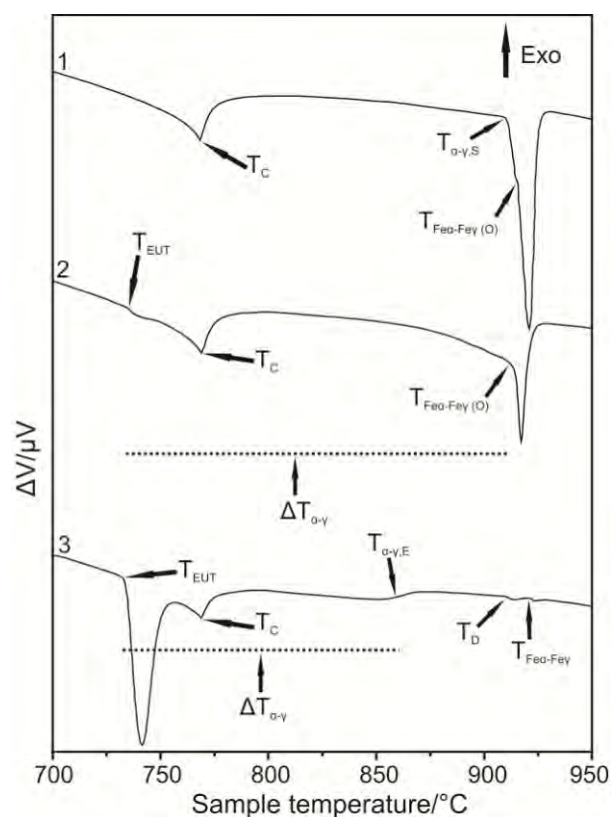


Fig. 3 DSC curves of the analysed samples  
Obr. 3 DSC křivky analyzovaných vzorků



Tab. 2 Characteristic phase transformation temperatures (°C)  
Tab. 2 Charakteristické teploty fázových transformací (°C)

Sample	$T_{EUT}$	$T_C$	$T_{\alpha-\gamma,S}$	$T_{\alpha-\gamma,E}$	$T_{Fea-Fe\gamma(O)}$	$T_D$	$T_{Fea-Fe\gamma}$
1	-	768.6	909.1	-	914.3	-	-
2	735.0	769.1	-	-	917.2	-	-
3	734.9	769.1	-	853.0	-	910.9	919.1

Magnetic transition was detected in all samples. Temperature of Curie point  $T_C$  was obtained.

Alpha-gamma phase transformation ( $Fe_{\alpha(C)} \rightarrow Fe_{\gamma(C)}$ ) takes place in all samples. Start of this transformation is marked as  $T_{\alpha-\gamma,S}$ . Temperature range marked as  $\Delta T_{\alpha-\gamma}$  is the range, in which transformation runs, and end of transformation is marked as  $T_{\alpha-\gamma,E}$ .  $T_{\alpha-\gamma,S}$  is identical with the temperature  $T_{EUT}$  for samples 2, 3.  $T_{\alpha-\gamma,E}$  is identical with the temperature  $T_{Fea-Fe\gamma(O)}$  for the samples 1, 2.

Transformation  $Fe_{\alpha(O)} + Fe_{0.92O} \rightarrow Fe_{\gamma(O)} + Fe_{0.92O}$  runs in the samples 1, 2. Temperature of this transformation is marked as  $T_{Fea-Fe\gamma(O)}$ .

Probably, the  $Fe_{0.92O}$  in the sample 3 dissolves and solid solution of  $Fe_{\alpha(O)}$  forms ( $T_D$ ) and afterwards the transformation  $Fe_{\alpha(O)} \rightarrow Fe_{\gamma(O)} + Fe_{0.92O}$  ( $T_{Fea-Fe\gamma}$ ) takes place.

Characteristic transformation temperatures are shown in Table 2.

### Comparison with accessible data

Temperatures of phase transformations were compared with the equilibrium metastable Fe–C diagram (Fig. 4) and with the equilibrium Fe–O diagram (Fig. 5).

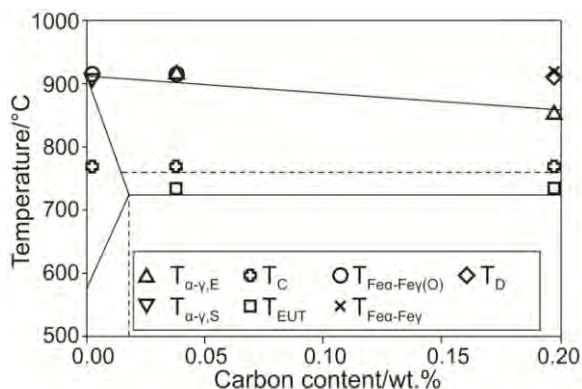


Fig. 4 Comparison of experimentally obtained temperatures with the metastable equilibrium Fe–C diagram

Obr. 4 Srovnání experimentálně získaných teplot s metastabilním rovnovážným diagramem Fe–C

Figure 4 presents a comparison of experimentally obtained temperatures of phase transformations with the equilibrium metastable Fe–C diagram. Experimentally obtained temperatures are in this diagram plotted in dependence on the carbon content (wt.%). In the case of

temperatures ( $T_{EUT}$ ,  $T_C$ ,  $T_{\alpha-\gamma,S}$ ,  $T_{\alpha-\gamma,E}$ ) a very good agreement was achieved. Differences between experimentally obtained temperatures and temperatures given in the Fe–C diagram are of the order of centigrades.

Higher difference between the temperatures was found only for  $T_{\alpha-\gamma,E}$  of the sample 2 (approx. 15 °C). This difference might have been caused by difficult evaluation of  $T_{\alpha-\gamma,E}$  on the DSC curve. (Two thermal effects overlap in this region.)

The fact that experimentally obtained temperatures of eutectoid phase transformation and Curie temperature are higher in comparison with the Fe–C diagram, is probably caused by content of other elements in the samples (Table 1), particularly by content of oxygen.

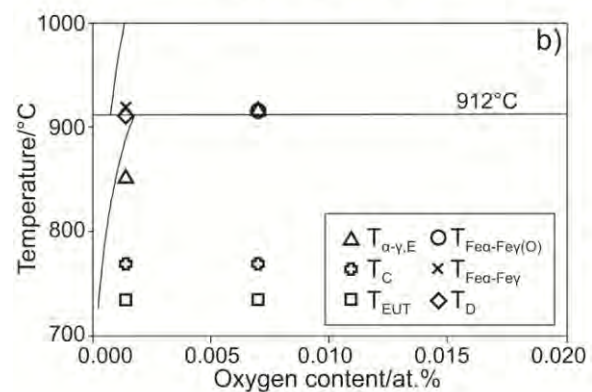
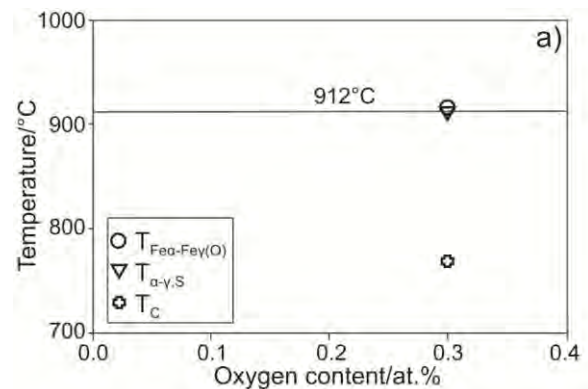


Fig. 5 Comparison of experimentally obtained temperatures with the equilibrium Fe–O diagram for a) sample 1 b) for samples 2, 3

Obr. 5 Srovnání experimentálně získaných teplot s rovnovážným diagramem Fe–O a) pro vzorek 1 b) pro vzorky 2, 3

Figure 5 show comparison of experimentally obtained temperatures of phase transformations with an

equilibrium Fe–O diagram. The experimentally obtained temperatures are in this diagram plotted in dependence on oxygen content in the samples. Oxygen content in the samples varies within the range from 0.0004 to 0.088 wt.% O (0.0014–0.3065 at.%).

Due to different oxygen content in the samples (difference of an order), two cuts of Fe–O phase diagram were selected. Comparison of experimentally obtained temperatures of phase transformations with the phase diagram Fe–O showed a good agreement in the case of temperatures  $T_{\text{Fe}\alpha\text{-Fe}\gamma(\text{O})}$ ,  $T_{\text{Fe}\alpha\text{-Fe}\gamma}$ ,  $T_{\text{D}}$ . The differences between experimentally obtained temperatures and temperatures presented in the Fe–O diagram were of the order of centigrades. Higher difference between temperatures was observed only at the transformation  $\text{Fe}_{\alpha(\text{O})} + \text{Fe}_{0.92\text{O}} \rightarrow \text{Fe}_{\alpha(\text{O})}$  in the sample 6, namely approx. 20 °C. Temperatures given in Fe–O diagram are calculated and may be inaccurate. (Calculations of phase transformation temperatures might have assumed some simplifications.)

It follows from the obtained results that the prepared Fe–C–O samples exhibit characteristic features of both Fe–C and Fe–O system. This is evident from the comparison of experimental values of phase transformation temperatures with the presented equilibrium phase diagrams (Figs. 4, 5).

## Conclusions

Three model alloys with graded carbon and oxygen content were investigated by the DSC and Netzsch STA 449 F3 Jupiter laboratory system. Low temperature region (below 1000 °C) of the Fe–C–O system was the investigated area. Phase transformation temperatures were obtained. New original data (phase transformation temperatures) of the Fe–C–O system in the low-temperature region were obtained. Succession of phase transformation was suggested for all the samples.

The temperatures were compared with the equilibrium Fe–C diagram and with the equilibrium Fe–O diagram. In majority of transformations temperature differences of the order of units of °C were observed. Influence of carbon and oxygen content (chemical composition) on temperatures of phase transformations was assessed as well.

It follows from the literature search that there is a lack of thermo-physical and thermo-dynamical data on Fe–C–O system.

The newly obtained data will serve for completion of the existing thermo-physical data on the Fe–C–O system, and they can subsequently contribute also to a clearer description and easier understanding of more complex poly-component systems, like for example steels.

The Fe–C–O system will be still subject of extensive research at our working site.

## Acknowledgements

*The work was carried out within the scope of the project of the Czech Science Foundation (P107/11/I566) and the project No. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 "Regional Materials Science and Technology Centre" within the frame of the operation programme "Research and Development for Innovations" financed by the Structural Funds and from the state budget of the Czech Republic*

## Literature

- [1] ASM Alloy Phase Diagrams Center, P. Villars, editor-in-chief; H. Okamoto and K. Cenzual, section editors; <http://www1.asminternational.org/AsmEnterprise/APD>, ASM International, Materials Park, OH, 2006.
- [2] RAJU, S. et al. Drop calorimetry studies on 9Cr-1W-0.23V-0.06Ta-0.09C reduced activation steel. *International Journal of Thermophysics*, 2010, vol. 31, no. 2, p. 399-415
- [3] RYŠ, P., et al. *Nauka o materiálu I: Nauka o kovech 4. svazek, Železo a jeho slitiny*. 2nd ed. Prague: ACADEMIA, 1975. 544 p.
- [4] SUNDMAN, B. An assessment of the Fe-O system. *Journal of Phase Equilibria*, 1991, vol. 12, no. 1, p. 127-140
- [5] SMETANA, B. et al. Phase transformation temperatures of pure iron and low alloyed steels in the low temperature region using DTA. *International journal of materials research*. 2010, vol. 101, no. 3, p. 398-408.
- [6] CABRERA-MARRERO, JM. et al. Macro-micro modelling of the dendritic microstructure of steel billets processed by continuous casting. *ISIJ International*, 1998, vol. 38, no. 8, p. 812-821.
- [7] EMADI, D. et al. Applications of thermal analysis in quality control of solidification processes. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2005, vol. 81, no. 1, p. 235-242.
- [8] MIETTINEN, J. *Solidification analysis package for steels-User's manual of DOS version*. 1st ed. Helsinki: Helsinki University of Technology, 1999. 95 p.
- [9] MIETTINEN, J. Calculation of solidification-related thermophysical properties for steels. *Metallurgical and materials transactions B*, 1996, vol. 28, no. 2, p. 281-297.
- [10] BOETTINGER, W.J. et al. *DTA and heat-flux DSC measurements of alloy melting and freezing*. 1st ed. Washington: National Institute of Standards and Technology, 2006. 90 p.
- [11] GALLAGHER, P.K. *Handbook of thermal analysis and calorimetry: principles and practice*. 2nd ed. Oxford: Elsevier, 2003. 675 p.
- [12] WRIEDT, HA. The Fe-O (iron-oxygen) system. *Journal of phase equilibria*, 1991, vol. 12, no. 2, p. 170-200.
- [13] BJÖRKMANN, B. An assessment of the system Fe-O-SiO<sub>2</sub> using a structure based model for the liquid silicate. *CALPHAD*, 1985, vol. 9, no.3, p. 271-282
- [14] ŽALUDOVÁ, M. et al. Experimental study of Fe-C-O based system below 1000 °C. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2012, DOI: 10.1007/s10973-012-2346-y

## MO SPR - theory and experiments

### MO SPR – teorie a experimenty

doc. RNDr. Jaroslav Vlček, CSc., doc. Dr. Ing. Michal Lesňák, prof. Ing. Jaromír Pištora, CSc., RNDr. František Staněk, Ph.D., RMSTC, VŠB-Technical University of Ostrava

*The paper is devoted to Au/Fe/Au/glass and Au/Fe/glass structures intended as MO SPR (Magnetic-optical Surface Plasmon Resonance) sensor units. The model approach based on matrix algebra is used to describe the response of discussed structures to external magnetic field. The theoretical results are confirmed by experiments realized by Multiscope device.*

*The application of response factor for MO SPR structures description is limited. We observe an extremely high sensitivity of this factor to the geometrical samples parameters. The 2 nm redesign of ferromagnetic film thickness modulates the value in the frame of one order. The second reason related to the dependence on external magnetic field. While the theoretical calculation shows very clear and promising results (the response varies proportionally to decay of external magnetization), the experimental data do not confirm this tendency.*

*As regards the F factor, the dependence of its maxima on external magnetization is sufficiently expressive. This response has practically linear character such as change of external magnetic field and ferromagnetic thin film thickness.*

*Příspěvek je věnován měření Au/Fe/Au/sklo a Au/Fe/sklo struktur určených jako MO SPR (magneto-optická rezonance povrchových plasmonů) snímače. Tyto struktury zkoumáme z hlediska možnosti jejich uplatnění v senzorce. Snažíme se o vývoj senzoru magnetického pole na optickém principu. Zaměřili jsme se na optimalizaci vrstev. Prováděli jsme geometrickou a materiálovou optimalizaci pro co možná největší odezvu magnetického pole. Model přístup založený na maticové algebře se používá k popisu odezvy diskutovaných konstrukcí na vnějším magnetickém poli. Teoretické výsledky jsou potvrzeny experimenty realizovanými pomocí zařízení Multiscope, kde se měřila závislost úhlu dopadu na reflektivitu na vzorcích, které byly připraveny na základě matematického modelování.*

*Použití faktoru odezvy pro MO SPR má omezenou platnost. Zjistili jsme extrémně vysokou citlivost tohoto faktoru na geometrii vzorků. Druhým důvod souvisí se závislostí na vnějším magnetickém poli. Zatímco teoretický výpočet ukazuje velmi jasné a slibné výsledky, experimentální data nepotvrzují tuto tendenci.*

*U faktoru F je jeho závislost na vnější magnetizaci velmi výrazná. Tato odezva má prakticky lineární charakter, jako například změny vnějšího magnetického pole a tloušťky feromagnetické vrstvy. Tento faktor nám vyhovuje pro charakterizaci MO SPR jevu.*

*Tyto dva faktory nám umožní navrhnout struktury pro MO SPR snímač.*

The application of Au/ferromagnetic film/Au sandwiches for MO-SPR (Magneto-Optical - Surface Plasmon Resonance) sensors makes it possible to modify the reflectance values. The optimization of sandwich layer thicknesses and changing the gold thin film thickness of the layer, originally in contact with the studied medium, enhances the response by approx. two orders of magnitude [1]. The geometrical and material optimization of the MO-SPR sensor depends on the accurate control of the thicknesses of noble metal and magneto-optical thin films forming the sensing unit, the magneto-optical coefficients of applied ferromagnetic layers, and the values of reflectance without magnetization [2].

The reflectivity was calculated by rigorous coupled wave algorithm (RCWA) implemented in the Matlab own code. The theoretical results have been compared with experimental ones achieved by implementation of Fe thin films to SPR structure. The reflection data were

experimentally estimated using Multiscope (Optrel GbR) completed by electro-magnet with the digitally controlled source producing predefined magnetic fields. The magnetic field modulation of the MO-SPR response for the transverse orientation of external magnetic field is described and induced anisotropy effect is discussed. To this purpose, two response factors were introduced relating to two different optical MO-SPR structures. The sensitivity to outer magnetization was numerically modelled and verified experimentally.

### 1. Response factors

The well-known non-reciprocity of MO-SPR reflection response observed by polarity change of the external magnetic field has been studied for various optical hetero-structures - see e.g. [3] and references therein.

If we aim to exploit this principle in magnetic field sensing, then an appropriate factor of response must be

chosen, which optimally represents the studied effect in the given optical structure. The frequently used function is the ratio

$$\rho^{\pm}(\phi) = \frac{R_{pp}^{+} - R_{pp}^{-}}{R_{pp}^{+} + R_{pp}^{-}}, \quad (1)$$

where  $R_{pp}^{\pm}$  is the reflectance of the p-polarized light with signs denoting opposite directions of external field. This quantity can achieve quite expressive extremes in the SPR minima or in their close neighbourhood. The resulting effect exhibits outstanding dependence on thickness of metallic layers [4]. During SPR resonant state, the factor  $\rho^{\pm}(\phi)$  modulated by magneto-optical effect is maintained or increased, which results in a sharp enhancement of MO influence in the reflected field.

Unfortunately, if the compound of a ferromagnetic in optical structure is too large, the SPR minima become too flat, so the factor (1) can not be reliably applied. This is the reason for searching another other type of response factor. Since the high sensitivity to external magnetization is the basic demand, we start with the difference  $\Delta R_{pp}^{\pm}(\phi) = |R_{pp}^{+} - R_{pp}^{-}|$ . (2)

As we showed in [5], this function does not achieve its maxima at the reflectance extremes, but we observe its increase at a certain incidence angle between  $\phi(R_{pp,max})$  and  $\phi(R_{pp,min})$ . In this range of incidence angles we aim to localize a point or thin interval with the maximal MO response.

In order to estimate the difference  $\Delta R_{pp}^{\pm}$  with the required accuracy, the slope  $s(\phi)$  should be as minimal as possible despite the sufficiently high reflectance. In such a case, the measurement stays resistant to a small change of incidence angle, what is desirable for the declared aims. The mentioned properties can be expressed by the merit  $\mu$  of the reflectance  $R_{pp}$  in the magnetically neutral state. We introduce this one in the form

$$\mu(\phi) = \sqrt{R_{pp}(\phi)}(1 - \sin \alpha),$$

$$\alpha = \arctan s(\phi) = \arctan \frac{\sqrt{R_{pp}(\phi)}}{\Delta \phi} \quad (3)$$

that varies between 0 and 1, thereby the values close to 1 fulfil the optimality requirement. If we supply the response function (2) by the merit defined in (3), we obtain a more truthful form of response factor

$$F(\phi) = \mu(\phi) \cdot \Delta R_{pp}^{\pm}(\phi) \quad (4)$$

The relatively low sensitivity of  $F_{max}$  to a thickness variance, as well as to a change of incidence angles [5], validates the stability of the proposed sensing principle regarding the multilayer parameters.

## 2. Measurements

### 2.1 Experimental set-up

The used Multiscope device (Optrel GbR, Germany, [6]) was originally constructed for SPR measurements. In particular, the intensity of reflected light is detected as a function of the incidence angle – at the fixed wavelength of 632.8 nm in our case. We completed this equipment by a digitally controlled original electro-magnet with the power source up to 30 A, which enables generation of predefined magnetic field of the induction up to 300 mT.

The Otto ordering of the basic SPR system with the SiO<sub>2</sub> prism (90 deg vertex angle) was applied, where the immersion liquid was of the same refraction index as the coupling prism.

### 2.2 Samples

As the base of samples, the 1.1 mm thick glass plate (BK7) was used, from which the rectangular substrates (10 × 80 mm regarding to the implemented electro-magnet) were prepared and cleaned by alcohol. The metallic bi-layers were deposited successively without interruption in the vacuum chamber (Leybold Heraeus Z550): the pressure of 0.2 Pa and power of 150 W for iron, 0.2 Pa / 75 W for the gold protect deposition. The process ran in an oscillating mode with exactly 0.5 nm deposition step in any period.

For the MO-SPR reflectometric experiments the material characteristics were established at the wavelength of 632.8 nm as follows:  $n_p = 1.4571$  (fused silica prism [8]),  $n_g = 1.5146$  (BK7 glass plate),  $n_{Au} = 0.1911 - 3.3577i$  [5],  $n_a = 1$  (air),  $\epsilon_{Fe} = -1.0365 - 17.7672i$ ,  $Q_{Fe} = 0.0386 + 0.0034i$  [7]. Here,  $n$  denotes a refractive index,  $\epsilon$  is the relative permittivity and  $Q$  is the Voigt parameter.

For the reasons discussed in the previous section we analysed two samples in the set-up with a coupling prism – see Fig. 1a, b. The first one (glass / Au 11nm / Fe 7 nm / Au 6 nm) in Kretschmann ordering of plasmonic system was studied regarding the properties of the factor  $\rho^{\pm}(\phi)$ , because of its typical SPR reflection response. The second one (glass / Fe 20 nm / Au 5 nm) represented the Otto ordering with emphasized MO active layer that was chosen to illustrate the sensing ability expressed by the factor  $F$ .

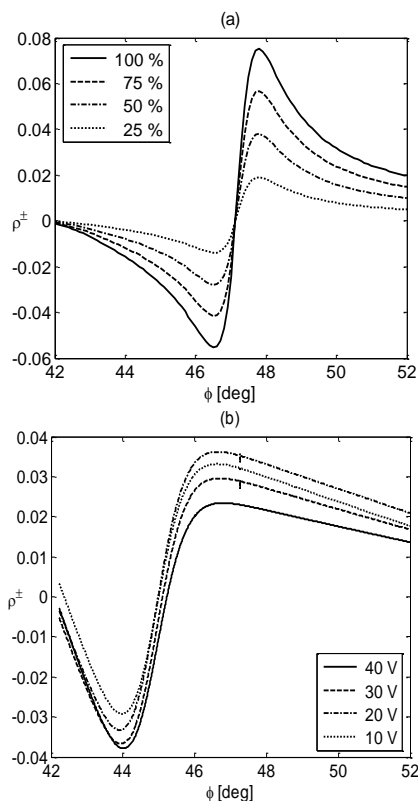


Fig. 1 (a) The factor  $\rho^\pm(\phi)$  as the function of external magnetization: (a) numerical model; (b) measured data.

Obr. 1 Faktor  $\rho^\pm(\phi)$  jako funkce externí magnetizace: (a) matematický model, (b) naměřená data.

### 3. Results and Discussion

#### 3.1 Response factor $\rho^\pm(\phi)$

Theoretical calculation shows very clear and promising results (Fig. 1a): the response varies proportionally to the decrease of external magnetization. The experimental data do not offer similar answer, which complicates possible practical use. With respect to the variability of  $\rho^\pm(\phi)$  the choice of its maxima or minima as a representing point can be an advantage of this factor (Fig. 1b shows the second case).

#### 3.2 Response factor F

The comparison of experimental and numerical reflectometric data shows sufficient agreement in the interval between the maxima and minima. Together, we observe expected differences corresponding to two opposite transversal orientation of external magnetic field.

### Conclusions

The application of  $\rho^\pm(\phi)$  response factor for MO SPR structures description is limited. We observe an extremely high sensitivity of this factor to the geometrical samples parameters. The 2 nm redesign of ferromagnetic film thickness modulates the  $\rho^\pm(\phi)$  value in the frame of one order. The second reason related to the dependence on external magnetic field. While the theoretical calculation shows very clear and promising results (the response varies proportionally to decay of external magnetization), the experimental data do not confirm this tendency (Fig. 1).

As regards the F factor, the dependence of its maxima on external magnetization is sufficiently expressive. This response has practically linear character, such as change of external magnetic field and ferromagnetic thin film thickness.

#### Acknowledgements

*This work has been partially supported by the Grant Agency of the Czech Republic (#P205/11/2137) and by the IT4Innovations Centre of Excellence project, reg. no. CZ.1.05/1.1.00/02.0070.*

#### Literature

- [1] PIŠTORA, J., LESŇÁK, M., VLAŠÍN, O., CADA, M., "Surface plasmon resonance sensor with magneto-optical structure", *Optica Applicata*, Vol. 40 (4), 883-895 (2010).
- [2] VIŠŇOVSKÝ, Š., YAMAGUCHI, T., PIŠTORA, J., POSTAVA, K., BEAUVILLAIN, P., GOGOL, P., [Unidirectional propagation in planar optical waveguides], Schenk, Ostrava (2006).
- [3] ARMELLES, G., CEBOLLADA, A., GARCÍA-MARTÍN, A., GONZÁLEZ, M. U., GONZÁLEZ-DÍAZ, B. J., FERREIRO-VILLA, E. AND TORRADO, J. F., "Magnetoplasmonic nanostructures: systems supporting both plasmonic and magnetic properties", *J. Opt. A: Pure Appl. Opt.* 11, 114023 (2009).
- [4] PIŠTORA, J., VLČEK, J., LESŇÁK, M., "Surface plasmon resonance with ferromagnetic thin film," *Proc. ISMOT*, ISBN 978-80-01-04887-0, 431-434 (2011).
- [5] VLČEK, J., LESŇÁK, M., PIŠTORA, J., "Magnetic field sensor on magneto-optical principle: a theoretical study", *J. Sci. Conf. Proc.*, 1-4 3 (2011).
- [6] [www.optrel.de](http://www.optrel.de)
- [7] JOHNSON, P. B., CHRISTY, R. W., "Optical constants of the noble metals", *Phys. Rev. B* 6 (12), 4370 (1972).
- [8] [www.sciner.com/Opticsland/FS.htm](http://www.sciner.com/Opticsland/FS.htm)

## Stroj SPUTT 500 pro creepové zkoušky malých vzorků

### Small Punch Creep Testing Machine SPUTT 500

**Dr. Ing. Zdeněk Kuboň, Ing. Daniel Omacht, Zdeněk Kubánek, Jan Panna, Roman Doležal, RMTVC, MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Ostrava**

*Tento článek je věnován popisu funkcí nového stroje SPUTT 500 určeného pro provádění creepových zkoušek malých vzorků, který byl vyvinut ve společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., v souladu s požadavky předpisu CEN CWA 15627, část A, která se zabývá právě creepovými zkouškami malých vzorků. Kromě popisu výchozích předpokladů a principu creepových zkoušek malých vzorků jsou zde uvedeny hlavní součásti zkušebního stroje včetně zkušební patrony a způsobu jejího upevnění ve zkušební vidlici, pecní jednotky, způsobu zatížení, metody ochrany vzorku proti oxidaci argonovou atmosférou, postupu měření deformace a také řídicího systému spolu se softwarem. V další části článku je pak stručně nastíněna problematika určení zkušebních parametrů u SPCT vzorků, kdy se při konstantním zatížení mění v průběhu zkoušení velikost napětí, a pro praktické aplikace je stanoven koeficient pro přepočítání zatížení na napětí. Na závěr je uveden příklad zkoušení a hodnocení creepových vlastností oceli X20 CrMoV 12-1 pomocí SPCT zkoušek a jejich porovnání s výsledky „klasických“ creepových zkoušek prováděných na standardních zkušebních vzorcích. Ukázalo se, že pro tento typ materiálu bude nutné modifikovat běžně používaný koeficient přepočtu zatížení a napětí.*

*The paper demonstrates the new version of small punch creep testing machine SPUTT 500. The machine was developed in MATERIALS AND METALLURGICAL RESEARCH, Ltd. in full accordance with the CEN CWA 15627, part A dealing with small punch creep testing of metallic materials. Readers will find in the article description of the testing principle of the small punch creep tests (SPCT), the most important facts about the testing machine like method of sample clamping in the testing cartridge and testing fork, heating furnace with argon protective atmosphere, the method of automated loading and manipulation with weight, deformation measuring equipment and control system with user friendly software. The next part of the article outlines briefly the problems with correlation of testing parameters in SPCT tests, where, in spite of the fact that the load is kept constant during testing, the applied stress changes due to change of the contact area of the test sample and the puncher. Besides the equations originating in the membrane stress and theory of elasticity, the simple relation between load and stress is given here, too. At the end of the article an example of testing and evaluation of creep properties of the steel X20 CrMoV 12-1 with SPCT tests is described and their comparison with the results of the "classic" creep tests on standard test specimens is presented. It turned out that for this type of material it will be necessary to modify the commonly used relation between load and stress.*

*During 2012, three new SPUTT 500 machines were completed and put into operation. In conjunction with the existing creep laboratory it represents an opportunity to extend the existing capacity of the testing SPCT samples and also the possibility to evaluate the actual creep characteristics of small samples taken from the operating components without removing the solid samples and the necessity of the following repairs.*

Na základě více než 10 let zkušeností získaných v oblasti zkoušení a hodnocení vlastností kovových materiálů pomocí malých vzorků pracovníci společnosti MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., vyvinuli zkušební stroj SPUTT 500. Zařízení bylo navrženo v souladu s předpisem CEN CWA 15627 [1], který shrnuje výsledky výzkumu v této oblasti prováděných za více než 15 let [2 až 9] a který se používá v celoevropském měřítku ke stanovení creepových charakteristik materiálů komponent pracujících při zvýšených teplotách. Stroj má unikátní, právně chráněnou konstrukci a při jeho návrhu a realizaci bylo použito dlouholetých zkušeností s prováděním creepových zkoušek ve spojení s nejnovějšími měřicími zařízeními a metodami. Jednoduchý design zajišťuje vysokou spolehlivost a konzistentní výsledky, výhodou je i úsporný provoz s příkonem 220 W a 0.6 litru argonu na jednu zkušební

hodinu. U aktuální verze 1.7 je vylepšeno zejména měření zatížení a také průchod ochranného plynu v peci.

### Hlavní součásti stroje SPUTT 500 a princip provádění creepových zkoušek malých vzorků (SPCT testy)

Zkušební stroj SPUTT 500 (obr. 1) má tyto hlavní specifikace:

- Provádění creepových zkoušek malých vzorků podle CEN CWA 15627.
- Rozsah pracovních teplot mezi +20 °C a 650 °C.
- Rozsah zatížení od 30N do 500 N.
- Plně automatické zatížení vzorku s hladkým průběhem a dosažením plného zatížení do 1s bez rázů.
- Umístění zkušebního vzorku v ochranné atmosféře argonu po celou dobu trvání zkoušky.

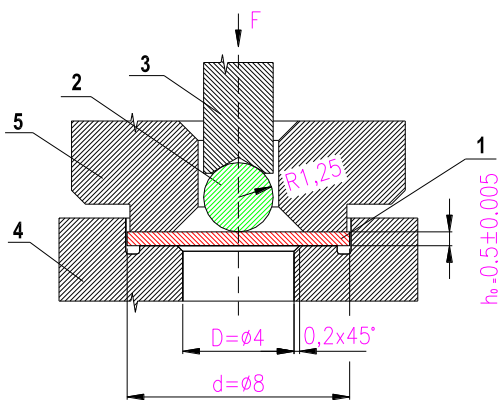
- Dvoupásmová elektrická odporová pec pro ekonomické vytápění a jeho velmi přesnou regulaci.
- Vizuální indikace provozu stroje.
- Dočasné záložní napájení (max. 15 min.) eliminující krátkodobé výpadky elektriny či umožňující přechod na záložní napájení.
- Plně automatické ovládání provozu stroje pomocí PC a uživatelsky příjemný software.

Princip zkoušení penetračních testů (klasických i creepových) malých vzorků je znázorněn na obr. 2.



Obr. 1 Zkušební stroj pro SPCT zkoušky SPUTT 500  
Fig. 1 Small punch creep testing machine SPUTT 500

Kovový razník s půlkulovou hlavou nebo v případě creepových zkoušek malých vzorků také keramická kulička o průměru 2,5 mm (pozice 2 na obrázku 2) je tlačena do zkušebního vzorku (pozice 1), kterým je disk o průměru 8 mm s tloušťkou  $0,5 \pm 0,005$  mm. Vzorek samotný je pevně fixován mezi dvěma přítlačnými maticemi (pozice 4 a 5), které jednak středí jeho polohu, jednak zabraňují pohybu nedeformovaných ploch zkušebního tělíska během zkoušení. Průhyb vzorku při samotném zkoušení (respektive posun razníku či tlačného trnu kuličky - pozice 3 na obr. 2) je přenášen



Obr. 2 Princip penetračních zkoušek malých vzorků  
Fig. 2 Principle of small punch testing

do snímače deformace a zaznamenáván v souřadnicích čas-deflexe vzorku. Otvor ve spodní přítlačné matici, do kterého je vzorek zamačkáván, má v souladu s doporučením [1] a z důvodu reprodukovatelnosti výsledků zkoušek průměr 4 mm a hranové zkosení  $45^\circ$  na 0,2 mm.

## Konstrukce a součásti stroje SPUTT 500

### Zkušební patrona

Hlavní součástí creepového stroje pro malé vzorky je zkušební patrona, do níž je vzorek upevněn a která se vkládá do zatěžovacího mechanismu stroje. Při výrobě této patrony (obr. 3 a 4) byl velký důraz kladen na odolnost jednak proti vysokoteplotní oxidaci, jednak proti tečení. Proto jsou nejvíce namáhané díly, horní a dolní upevňovací matice a razník, vyrobeny z niklové superslitiny - Inconelu 617. Ostatní části jsou vyrobeny z austenitické chromniklové žáruvzdorné oceli. Keramická kulička je vyrobena z čistého  $Al_2O_3$ , (FRIALIT F99.7) výrobce FRIATEC AG. Tvrdost této kuličky měřená metodou dle Knoop 100g je 23000 MPa. Kulička má rovněž vynikající rozměrovou přesnost:  $\varnothing 2,5 \pm 0,0005$  mm a sféricitu 0,0005 mm, při drsnosti povrchu menší než  $0,1 \mu m$ . Kulička byla testována v laboratorních podmínkách na tlak při zatížení až 2000 N, tedy 4krát více, než je maximální možné pracovní zatížení. Nebylo zjištěno žádné poškození, ani nalezeny povrchové vady, a to ani při sledování pod mikroskopem.



Obr. 3 Sestavená zkušební patrona  
Fig. 3 Assembled testing cartridge



Obr. 4 Jednotlivé díly zkušební patrony  
Fig. 4 Individual parts of testing cartridge

### Zatěžovací systém a pecní jednotka

Sestavená zkušební patrona je vložena do testovací vidlice a posazena na pevný příčník stroje. Testovací vidlice prochází dvoupásmovou odporovou pecí v plynotěsné keramické trubici. Tato pec má dvě asymetrické topné zóny, kvůli vyššímu odvodu tepla ve spodní části pece, a každá zóna je monitorována a regulována samostatně. Maximální zkušební teplota je  $650^\circ C$  a skutečná teplota vzorku je měřena plášťovým Cr-Ni termočlánkem typu K a je automaticky udržována řídicím systémem po celou dobu zkoušky s přesností  $\pm 2^\circ C$ . Naměřené hodnoty jsou automaticky zaznamenávány do databáze a následně zahrnuty do závěrečného hodnocení a protokolu zkoušky.

Zatížení vzorku je dosaženo pomocí sady velkých závaží (3x10 kg, 2x5 kg, 3x2 kg, 2x1 kg – viz obr. 5a) a laboratorním závažím 1 g až 500 g. Přenos zatížení od závaží na vzorek je zajištěn pomocí testovací vidlice (obr. 5b).



Obr. 5a) Sestava závaží a tenzometr měření zatížení  
Obr. 5b) Testovací vidlice  
Fig. 5a) Set of weights and load measurement gauge  
Fig. 5b) Testing fork

Rozsah zatížení se pohybuje v rozmezí od 30 do 500 N. Tvar velkých závaží byl navržen s důrazem na snadnou manipulaci, a proto se těžiště každého závaží nachází v ose táhla, aby se zabránilo vzniku ohybových momentů při jeho vychýlení. Všechna závaží jsou kalibrována. Obsluha stroje tak může s pomocí sady laboratorních závaží sestavit celkové zatížení zkoušky s přesností na 1 g. Zátěž je trvale měřena snímačem síly typu S2 (obr. 5a) výrobce HBM, měřící rozsah (0-500) N, třída přesnosti 0,05, relativní odchylka  $\pm 0,25\%$  z rozsahu, tj. při maximálním zatížení  $500\text{ N} \pm 1,25\text{ N}$ .

Zatížení a odtížení zkoušky, při kterém je podle [1] požadována doba nepřesahující 1 sekundu a zároveň absence jakéhokoliv rázu, je dosaženo pomocí šroubového zvedáku (obr. 6). Šroubový zvedák se skládá z elektromotoru, šnekové převodovky, ozubených kol, pracovního šroubu a ložisek dosedací desky. Dolní a horní pozice zvedáku jsou kontrolovány mechanickými snímači a velikost i rychlost zdvihu



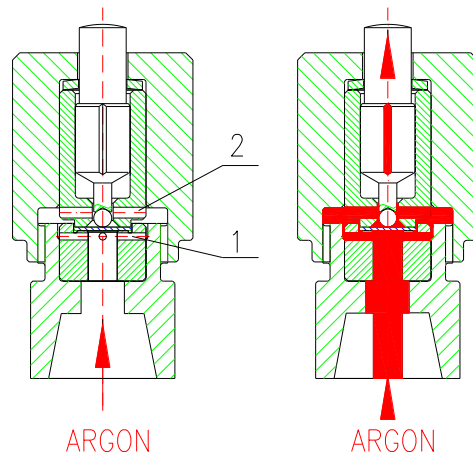
Obr. 6 Šroubový zvedák - vnitřní pohled  
Fig. 6 Screw jack - inside view

je plynule nastavitelná pomocí frekvenčního měniče. Točivý moment od motoru se přenáší k nosné desce řetězem, což představuje řešení s minimem údržby. Manipulace se závažím (zvedání a spouštění) je automatická a ovládaná řídicím systémem stroje. Bezpečnostní kryty a senzory pak brání možnému poranění obsluhy během provozu.

### Ochranná atmosféra argonu

Při provádění SPCT zkoušek je doporučeno použít ochrannou atmosféru, která má zabránit, aby byl zkušební kus vystaven oxidaci vzdušným kyslíkem. Princip ochrany vzorku spočívá u stroje SPUTT 500 v přivedení ochranného plynu - argonu do prostoru pod vzorek, plyn dále pokračuje čtyřmi kanály ve spodní přítlačné matici (viz pozice 1 na obr. 7 vlevo) a dvěma kanály v horní matici (pozice 2) se dostává přímo na horní povrch vzorku. Plyn je pak z prostoru zkoušení vyveden prostřednictvím bočních drážek v razniku. Vyplnění zkušebního prostoru ochranným plynem je ukázáno na obr. 7 vpravo.

Na začátku zkoušení řídicí systém zcela vyplní testovací sestavu argonem. Po určité době řídicí systém uzavře ventil a plyn proudí v systému v množství cca. 10 ml/min. Tento průtok je plně dostačující, aby se zabránilo oxidaci vzorku vzdušným kyslíkem. Jako ochranný plyn je doporučován argon 4.6 (čistota 99.996 %) nebo lepší. Průtok plynu ve stroji je řízen hmotnostním průtokoměrem a regulátorem s rozsahem 0-13 ml/min. Požadovaný průtok je automaticky nastaven řídicím systémem.



Obr. 7 Schéma proudění argonu kolem vzorku  
Fig. 7 Scheme of argon flow around the specimen

### Měření deformace vzorku

Deformace vzorku je měřena pomocí jeho průhybu během zkoušení a tento průhyb je přenášen z razniku na snímač pomocí ramena. Na začátku zkoušení, tedy po náběhu a stabilizaci teploty, ale ještě před samotným zatížením, je hodnota deformace nastavena na nulu. Po zatížení vzorku se jeho deformace přenáší přes rameno na snímač deformace a průběžně je zaznamenávána. Měření je zajištěno přesným indukčním snímačem (viz



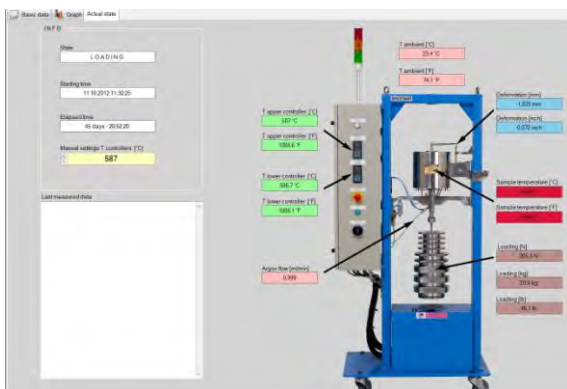
obr. 8) pracujícím s rozsahem  $\pm 5$  mm a maximální chybou linearity 0,9 %.



Obr. 8 Měření deformace zkušební vzorku  
Fig. 8 Measurement of sample deformation

### Řídicí systém a ovládací software

SPUTT 500 je plně automatizované zkušební zařízení, které pracuje v prostředí operačního systému Windows 7. Na pracovní obrazovce softwaru se průběžně ukazují a do paměti počítače zaznamenávají data ze senzorů (teplota vzorku, zatížení vzorku, deformace vzorku, průtok argonu, teplota řídicích termočlánků obou pásem pece, stav UPC), viz obr. 9. Způsob záznamu deformace je možné nastavit buď v závislosti na čase, nebo na průhybu vzorku, přičemž na počátku zkoušení je zápis údajů zrychlený, aby bylo možné postihnout rychlé změny deformace již během samotného zatěžování. Zkušební protokol pak obsahuje všechna vstupní data důležitá pro identifikaci zkoušky, (typ a jakost materiálu, jeho provozní historie, místo odběru vzorků) a zkoušení (teplota, zatížení, datum, apod.). Všechna tato data jsou uložena do souboru s názvem testu. Součástí výsledného protokolu jsou také grafické závislosti měřených hodnot, zejména pak časové. Pro další zpracování výsledků mimo software je možný export naměřených dat ve formátech kompatibilních s programem EXCEL.



Obr. 9 Vizualizační výstup řídicího softwaru s aktuálními hodnotami měření

Fig. 9 Visual output of the control software with actual testing values

### Vztah SPCT zkoušek a creepových zkoušek v jednoosém tahu

Definice vztahu mezi zatížením u SPCT zkoušek a napětím u "klasických" creepových zkoušek je základním předpokladem pro široké uplatnění SPCT zkoušek pro hodnocení creepových vlastností ocelí. Při jeho odvození se vychází z jednoduchého předpokladu, že určité zatížení odpovídá danému napětí tehdy, když k lomu zkušební tyče dojde v obou případech ve stejném čase. Problém je však to, že u SPCT zkoušek není napětí během zkoušení konstantní. Na počátku je deformace velice malá a zatížení se realizuje přes smyková napětí vyvolaná ohybovým momentem. V dalším stádiu tečení pak deformace narůstá a rozhodujícím faktorem se stává membránové napětí, které se ovšem mění v závislosti na průhybu vzorku a změně tloušťky jeho stěny.

V [1] je uvedeno několik vztahů, které řeší výše uvedenou otázku a které byly všechny odvozeny od rovnováhy mezi zatížením a membránovým napětím bez uvážení ohybového napětí. Jelikož je při SPCT zkoušce průhyb při lomu obvykle 3-4 násobkem tloušťky vzorku, je při tak velké deformaci zanedbání ohybového namáhání akceptovatelné. Tyto rovnice byly odvozeny na základě původní Chakrabartyho rovnice pro membránové napětí, která je odvozena z teorie pružnosti [10]:

$$\frac{F}{\sigma} = 2\pi \cdot h \cdot r \cdot \sin^2 \theta_0 \quad (1)$$

kde  $F$  je zatížení [N],  $\sigma$  představuje napětí [MPa],  $h$  reprezentuje tloušťku zkušební tělesa v místě kontaktu s razníkem [mm],  $r$  je poloměr razníku [mm] a  $\theta_0$  je kontaktní úhel mezi razníkem a vzorkem.

Obecný vzorec pro stanovení zkušebního zatížení pro SPCT zkoušky pak může být vyjádřen ve tvaru [1]:

$$\frac{F}{\sigma} = 3.33 \cdot k_{sp} \cdot R^{-0.2} \cdot r^{1.2} \cdot h_0 \quad (2)$$

kde  $R$  je poloměr otvoru ve spodním dílu upevňovací matice a  $k_{sp}$  představuje korelační faktor, který vyjadřuje vliv rozdílné creepové tažnosti jednotlivých materiálů nebo i téhož materiálu při různých teplotách a napětích.

Při praktickém provádění SPCT zkoušek bylo zjištěno, že u velké skupiny materiálů včetně feritických nízkolegovaných i chromových modifikovaných ocelí platí zjednodušený vztah:

$$\frac{F}{\sigma} = const \cdot h_0^2 \quad (3)$$

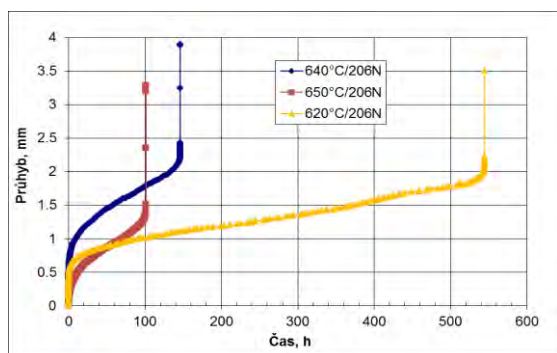
## Příklad hodnocení creepových vlastností oceli pomocí SPCT zkoušek

Srovnání výsledků „klasických“ creepových zkoušek a zkoušek SPCT bylo prováděno na materiálu X20CrMoV 12-1 zkoušeném ve stavu po dlouhodobém provozu v podmínkách creepového namáhání. V tabulce 1 jsou spolu s výsledky SPCT zkoušek uvedeny také výsledky „klasických“ creepových zkoušek.

Tab. 1 Výsledky creepových a SPCT zkoušek  
Tab. 1 Results of creep and SPCT tests

Zkouška	Teplota (°C)	Napětí (MPa)	Zatížení (N)	Doba do lomu (h)
creep	650	109	-	35
	640	109	-	76
	620	109	-	188
SPCT	650	-	206	101
	640	-	206	146
	620	-	206	544

Na obr. 10 jsou ukázány creepové křivky SPCT vzorků zkoušených při třech různých teplotách (620, 640 a 650 °C) a zatížení 206 N.



Obr. 10 Creepové křivky oceli X20CrMoV 12-1  
Fig. 10 Creep curves of the X20CrMoV 12-1 steel

Závislost doby do lomu  $t_r$  na teplotě lze jak u creepových, tak i u SPCT zkoušek popsat Arrheniovskou rovnicí ve tvaru:

$$\text{tedy pro creep } t_r = B \cdot \sigma^{-n} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (4)$$

$$\text{a pro SPCT } t_r = B \cdot F^{-n} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (5)$$

kde  $Q$  je zdánlivou aktivační energii creepu (kJ/mol),  $n$  představuje napětíový (zatěžovací) exponent,  $T$  absolutní teplotu (K),  $R$  univerzální plynovou konstantu ( $R=8,314$  J/mol·K) a  $B$  je konstanta.

Na základě výsledků provedených zkoušek obou typů lze proto stanovit zdánlivou aktivační energii creepu, která činí pro:

- creepové zkoušky: **372 kJ/mol**,
- SPCT zkoušky: **394 kJ/mol**,

a je tak vyšší ve srovnání s hodnotami dříve publikovanými pro skupinu 9 až 12% chromových

modifikovaných ocelí a oblast dislokačního creepu, kdy se tato aktivační energie pohybovala okolo **500 kJ/mol** [11]. Naproti tomu aktivační energie stanovená u oceli P 91 při zkoušení SPCT vzorků i creepových zkoušek se pohybuje v rozmezí cca. **300 až 350 kJ/mol** [12, 13] a je tedy významně nižší. Nižší zjištěné aktivační energie sledovaného materiálu oproti odpovídající hodnotě u oceli X20CrMoV 12-1 mohou souviset se skutečností, že se jedná o creepově exponovaný materiál a výše aktivační energie lomu při creepu samozřejmě nevyhnutelně souvisí s aktuálním stavem struktury a creepového dožití. Nízká aktivační energie zjištěná u oceli P 91, a to i ve výchozím stavu, je pak při vědomí skutečnosti, že tato ocel patří do stejné skupiny významně precipitačně zpevněných ocelí, dost překvapivá.

Rozdílnost dob do lomu pozorovaná u „klasických“ creepových zkoušek a zkoušek SPCT prováděných při stejné teplotě ukazuje na to, že použitý přepočítací koeficient mezi napětím a zatížením ve výši 1.89 ( $F=1.89\sigma$ ) není pro tento materiál a dané podmínky zcela vhodný. Pro jeho zpřesnění je nezbytné provést sérii creepových i SPCT zkoušek na daném materiálu v rozmezí napětí i teplot takovém, aby bylo možné překrýt napětíovou závislost i závislost zatížení na době do lomu a tím daný koeficient upravit.

## Závěr

V průběhu roku 2012 byla stavba celkem tří těchto nových strojů dokončena a stroje byly uvedeny do provozu. Ve spojení s creepovou laboratoří představují významné doplnění a rozšíření stávajících kapacit na zkoušení SPCT vzorků a také možnosti provádět hodnocení aktuálních creepových charakteristik na malých vzorcích odebraných z provozovaných komponent bez nutnosti odběru masivního vzorku a nutnosti následujících oprav.

### Poděkování

*Tato práce vznikla při řešení projektu č. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum“, v rámci Operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace, financovaného ze strukturálních fondů EU a ze státního rozpočtu ČR.*

### Literatura

- [1] CEN Workshop Agreement CWA 15627 „Small Punch Test Method for Metallic Materials“, December 2007
- [2] V.BICEGO, E. LUCON, R. CRUDELI, „Integrated technologies for life assessment of primary power plant components“, Proc. of Int. Symp. on Materials ageing and component life extension, Eds. Bicego, Nitta and Viswanathan, 1995, EMAS, Vol. I, pp. 295-305
- [3] J.H. BULLOCH, A. FAIRMAN, „Some considerations regarding the Small Punch testing of important engineering components“, Proc. of Int. Conf. Baltica III, Helsinki - Stockholm June 6-8 1995, Hietanen and Auerkari Eds., 1995, pp. 179-193

- [4] J. D. PARKER, G. C. STRATFORD, N. SHAW, G. SPINK, E. TATE, „Deformation and Fracture Processes in Miniature Disc Tests of CrMoV Rotor Steel”, Proceedings Third International Charles Parsons Turbine Conference, Vol. 2, Institute of Materials, 1995, pp. 418-428
- [5] F. DI PERSIO, G. C. STRATFORD, R.C. HURST. „Validation of the Small Punch Test as a Method for Assessing Ageing of a V Modified Low Alloy Steel“. BALTICA VI Life Management And Maintenance For Power Plants, Helsinki, June 2004
- [6] G.E. LUCAS, „Review of Small Specimen Test Techniques for Irradiation Testing“. METALLURGICAL TRANSACTIONS A, Vol. 21A, (1990), pp. 1105-1119
- [7] F.DOBES, K. MILICKA, “Small Punch Testing in Creep Conditions”, Journal of Testing and Evaluation, Vol. 29, No. 1, (2001). pp. 31-35
- [8] J. D. PARKER, G.C. STRATFORD, N. SHAW, H. METCALFE, „The Application of Miniature Disc Testing for the Assessment of Creep Damage in CrMoV Rotor Steel”, Conference Proceedings, BALTICA IV, Plant Maintenance for Managing Life & Performance, (1998). Vol. 2, pp. 477-488
- [9] LI, Y. Developments in the Field of Small Punch Test. KEMA Workshop „Small Punch Testing“ Arnheim, October 2005
- [10] CHAKABARTY, J. “A Theory of Stretch Forming Over Hemispherical Punch Heads” International Journal Mechanical Science, Vol. 12,(1970). pp. 315-325
- [11] FOLDYNA, V., „Creep nízkolegovaných a modifikovaných chromových ocelí“, doktorská disertační práce, ÚFM ČSAV Brno, 1988
- [12] ŠTURM, R., JENKO, M., ULE, B. „A Creep-Properties Evaluation of P91 Steel Weldments Using Short-Term Testing“ Materiali in Tehnologie. Vol. 36. No 6. (2002) pp. 319-324
- [13] BICEGO V., DI PERSIO F., HURST R., et al. „Comparability of Results via the Miniaturised Small Punch Creep Test Method and Traditional Uniaxial Creep Testing“, In: Proc. 11th Int. Conf. on Fracture, Turin, Italy, March, 2005

---

## The 5<sup>th</sup> International Conference STEELSIM 2013

### International Conference on Modelling and Simulation of Metallurgical Processes in Steelmaking

Ostrava, Czech Republic, September, the 10<sup>th</sup> -12<sup>th</sup> 2013

#### Conference is organized by:

Czech Metallurgical Society  
MATERIAL & METALURGICAL RESEARCH Ltd., Ostrava, Czech Republic  
VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Metallurgy and Materials Engineering, Czech Republic  
OCELOT Ltd., Ostrava, Czech Republic

#### Topics:

1. Thermo mechanical treatment
2. Heat transfer
3. Process modelling in BOF and AOD steelmaking
4. Continuous casting process
5. Ingot casting
6. Pulverized coal injection and COREX process
7. Cold rolling
8. Materials and material properties
9. Ironmaking
10. Hot rolling & Forming process models
11. Shell formation and solidification structures
12. Electromagnetic stirring in continuous casting
13. Furnaces and heat treatment
14. EAF process models
15. Physical simulation of casting
16. Data mining & Logistics
17. Fluid flow and multiphysical modelling
18. Ladle and vacuum treatment

Preliminary registration form and the abstract please send till January, the 31<sup>st</sup> 2013 on the contact address:  
MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Pohraniční 693/31, 706 02 Ostrava-Vítkovice,  
Czech Republic, tel.: +420 595 956 029, fax: +420 595 956 168, e-mail: jaroslav.pindor@mmvyzkum.cz

On-line registration is available on:  
[www.mmvyzkum.cz/conference](http://www.mmvyzkum.cz/conference)

## Infračervená spektroskopie povrchových oxidů na pásech orientované transformátorové oceli

### Infrared Spectroscopy of Oxide Layer on Strips of Grain Oriented Electrical Steels

**Ing. David Hrabovský Ph.D.**, RMTVC, VŠB-Technická univerzita Ostrava, **doc. Mgr. Kamil Postava Ph.D.**, Institut fyziky, VŠB - Technická univerzita Ostrava

*Při výrobě orientovaných pásů transformátorové oceli (anglicky - grain oriented electrical steels GOES) je důležitá znalost složení povrchových oxidů po primární rekrystalizaci (oduhličení). Složení této vrstvy má podstatný vliv na průběh sekundární rekrystalizace a tedy na dosažené magnetické vlastnosti a také na kvalitu izolační sklovité vrstvy vzniklé v této fázi.*

*Obvykle použitý postup – rozpuštění vzorku, filtrace oxidů a jejich analýza – je zdoluhavý a neumožňuje průběžnou kontrolu složení během výroby. Alternativní metodou je přímé měření infračervené reflektivity. Výhodou tohoto postupu je, že je to metoda bezkontaktní a nevyžaduje žádnou úpravu vzorku. Potenciálně je tedy použitelná pro průběžné monitorování výroby. Použití infračervené spektroskopie již bylo v literatuře dříve popsáno, ale naše první pokusy nebyly úspěšné.*

*V této práci jsme postupně použili různé techniky IČ reflexní spektroskopie na sérii laboratorně oduhličených vzorků při různém složení oxidačně redukční atmosféry a tedy i s různým výsledným složením. Změřená spektra jsme konfrontovali se sérií modelů a identifikovali jsme mechanismus a citlivost metody ke složení vrstev.*

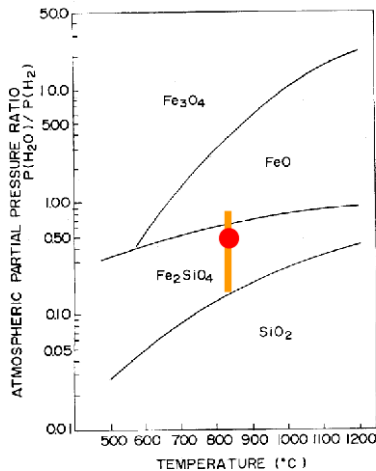
*The knowledge of composition of subsurface layer after first recrystallization is crucial for the production of grain oriented electrical steels (GOES). Its composition influences importantly the consequent secondary recrystallization and then quality of the final product. Generally used method for determination of subscale composition consists in sample dissolution, filtration and subsequent analysis. Disadvantage of this method is long sample preparation and that it does not allow real time monitoring of the production. Alternative technique of direct infrared reflectivity was already described in the past, but in our case the result was not coherent with expected composition.*

*We have performed experiments using various infrared spectroscopy techniques on series of laboratory prepared samples at various composition of atmosphere. We have measured IR reflectivity at normal incidence normalized to gold reference sample with no particular evidence of absorption peaks. Then we have used variable angle extension for grazing incidence angle of 80 degree. We measure the ratio of intensity p-polarized light over s-polarized light. This ratio correlates well with absorbance in the dielectric layer. We found absorption peaks although their position does not correspond to expected bulk values. Finally we have used attenuated total reflection technique with similar results and improved sensitivity around  $1100\text{ cm}^{-1}$ . We have identified some correlation between the dew point and the amplitude of this plateau. Then we have used series of optical models. Models confirmed the shift of the peak positions once the layer is enough thin and on iron substrate. Most importantly we have found that silica and fayalite particles distributed in iron subsurface do not contribute to infrared reflectivity. It means that overall oxide contents cannot be determined by direct reflectance spectroscopy. On the other hand IR reflectivity is mostly determined by top layer which is most important for subsequent production steps.*

Křemíková nízkouhlíkatá ocel s dobře definovanou orientací krystalových zrn (zvaná Gossova struktura) je pro její vynikající magnetické vlastnosti používána pro výrobu transformátorových jader. Výchozím polotovarem pro výrobu pásů orientované oceli je svitek nízkouhlíkaté oceli Fe:Si (3%) tloušťky 2,2 - 2,5 mm. Tento materiál prochází první fází válcování za studena na tloušťku 0,6 mm, primární rekrystalizací (oduhličením), druhým válcováním za studena na finální tloušťku 0,23 – 0,35 mm (dle požadavku na konečný produkt), sekundární rekrystalizací (při které vzniká Gossova struktura velkých orientovaných zrn) a termomorováním.

Fáze primární rekrystalizace (oduhličení) je zásadní pro snížení obsahu uhlíku v oceli a ke vzniku vrstvy oxidů, která tvoří základ pro sklovitou izolační vrstvu vznikající ve fázi sekundární rekrystalizace. Oduhličení probíhá ve vlhčené vodíko-dusíkové atmosféře při teplotě kolem 830°C. Pro správný průběh oduhličení je důležitá oxidačně-redukční schopnost atmosféry t.j. poměr  $p(\text{H}_2\text{O})/p(\text{H}_2)$  na úrovni do 0,5 (reakce  $\text{C} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CO} + \text{H}_2$ ). Při oduhličení zároveň vznikají oxidy v podpovrchové vrstvě do hloubky asi 2  $\mu\text{m}$ , které proces oduhličení postupně zpomalují, a můžou ho i zcela zastavit. Podle hodnoty poměru  $p(\text{H}_2\text{O})/p(\text{H}_2)$  vznikají v podpovrchové vrstvě buď

pouze oxidy křemíku (pro  $p(\text{H}_2\text{O})/p(\text{H}_2) < 0,1$ ), oxidy křemíku a fayalit ( $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$ ), případně i oxidy železa (pro  $p(\text{H}_2\text{O})/p(\text{H}_2) > 0,7$ ). Přehledně je to zobrazeno na obr. 1 podle [1].



Obr. 1 Složení podpovrchové vrstvy v závislosti na teplotě a atmosféře při oduhlčení - podle US patentu 5,725,681  
Fig. 1 Composition of subsurface layer in dependence on the temperature and atmosphere during decarburisation - according to the US patent 5,725,681

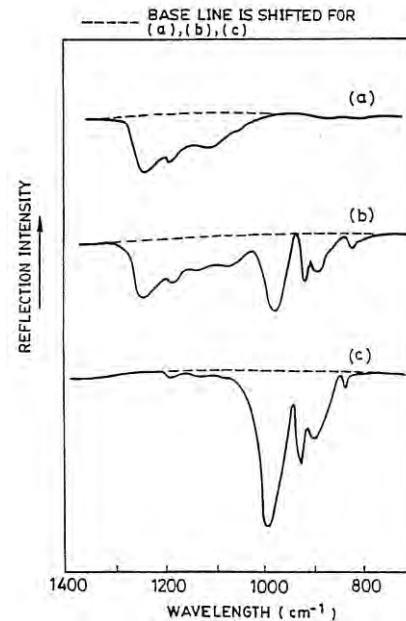
Před fází sekundární rekrystalizace je na pás nanášena vrstva MgO, která v průběhu sekundární rekrystalizace reaguje s vrstvou oxidů a vzniká sklovitá vrstva forsteritu. Tato izolační vrstva také vytváří anizotropní napětí, které přispívá ke stabilizaci magnetické doménové struktury.

Z předchozího je zřejmé, že složení podpovrchové vrstvy vzniklé během oduhlčení (zvláště pak poměr  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$ ) má zásadní vliv na vznik a přilnavost sklovité vrstvy forsteritu, a také na samotný průběh sekundární rekrystalizace.

Sledování složení podpovrchové vrstvy tak umožňuje dohled nad kvalitou výsledného produktu ještě před jeho dokončením. Obvykle použitý postup pro určení složení povrchové vrstvy vyžaduje odebrání vzorku pásu jeho rozpuštění a filtraci zbylých oxidů. Tyto oxidy jsou pak analyzovány například pomocí transmisní infračervené spektroskopie. Jednotlivé materiály je možno identifikovat podle jejich charakteristických vibračních spekter v blízké infračervené oblasti. Vhodnou spektrální oblastí je rozsah  $1600\text{ cm}^{-1}$  do  $600\text{ cm}^{-1}$ , ve které se vyskytují absorpce obou materiálů, které se výrazně nepřekrývají. Poměr absorpčních maxim pak může být korelován s absolutním složením vrstvy. Nevýhodou je, že tento postup je zdoluhavý a neumožňuje průběžné monitorování výroby.

Tato nevýhoda může být překonána přímým měřením reflexních infračervených spekter, jako to je ukázáno v obr. 2 podle [2]. V této práci jsme postupně použili různé techniky IČ spektroskopie na sérii laboratorně

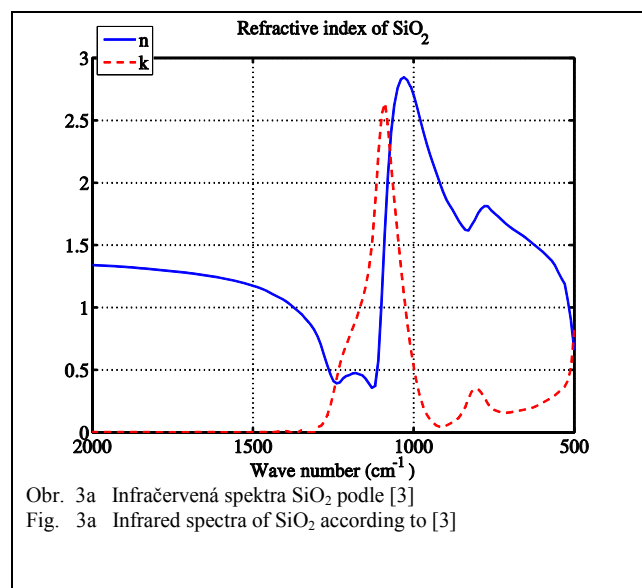
připravených vzorků při různém složení oxidačně redukční atmosféry.



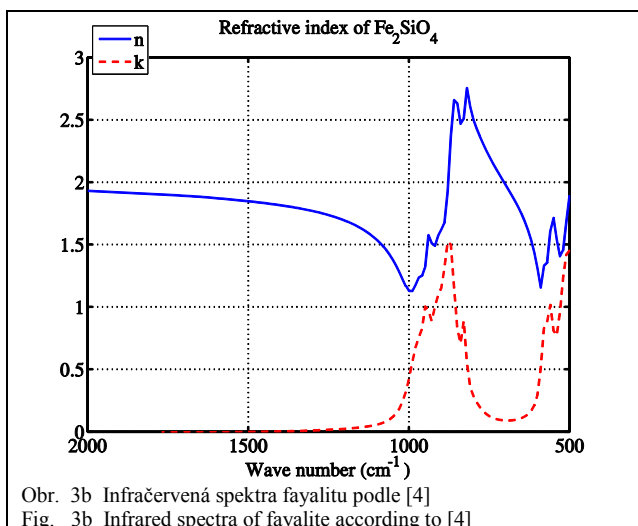
Obr. 2 Infračervené spektrum vzorku po oduhlčení pro různé provozní podmínky a) s převahou  $\text{SiO}_2$ , b) s koexistencí  $\text{SiO}_2$  a fayalitu, c) s převahou fayalitu - podle US patentu 5,571,342

Fig. 2 Infrared reflection spectra of sample after decarburization at various conditions a) with majority of  $\text{SiO}_2$ , b) with coexistence of  $\text{SiO}_2$  and fayalite, c) with majority of fayalite - according to the US patent 5,571,342

V první části jsou prezentována naměřená spektra reflektivity při téměř kolmém dopadu, dále pomocí reflexně-absorpční spektroskopie (IRRAS) a nakonec metodou utlumeného totálního odrazu (ATR), na řadě provozních i laboratorních vzorků. Následně jsou experimentální data konfrontována s modely a navržena metoda odhadu složení vrstvy.



Obr. 3a Infračervená spektra  $\text{SiO}_2$  podle [3]  
Fig. 3a Infrared spectra of  $\text{SiO}_2$  according to [3]



Obr. 3b Infračervená spektra fayalitu podle [4]  
Fig. 3b Infrared spectra of fayalite according to [4]

## Experiment

V této práci byl analyzován vzorek oduhličený za běžných provozních podmínek (A70o) a pro srovnání vzorek ze stejného pásu, který byl vystaven rafinaci ve vodíkové atmosféře při teplotě 1150°C (A70r). U druhého vzorku předpokládáme, že během rafinace proběhla redukce oxidů železa a v podvrchové vrstvě zůstalo jen SiO<sub>2</sub>.

Dále byla připravena série vzorků laboratorně oduhličených při teplotě 830 °C při různém složení redukčně-oxidační atmosféry. Podmínky při oduhličení jsou shrnuty v tabulce 1. U této řady vzorků předpokládáme proměnlivý poměr mezi fayalitem a SiO<sub>2</sub>.

Vzorky byly upraveny na rozměr 40 mm x 20 mm. Tloušťka 0,6 mm je dána touto výrobní fází. Všechny vzorky byly připraveny v ArcelorMittal Frýdek-Místek.

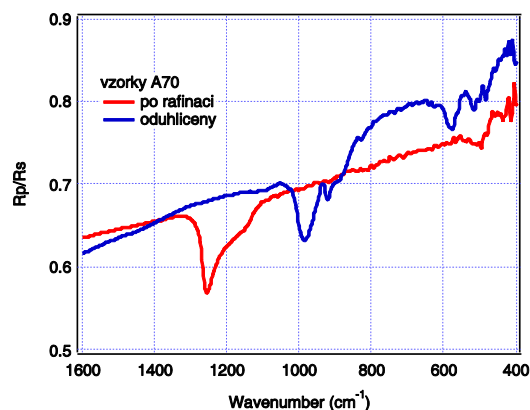
Tab. 1 Podmínky při laboratorním oduhličení  
Tab. 1 Conditions for laboratory decarburisation

H <sub>2</sub>	50 %				
rosný bod (°C)	35	46	53	58	63
p(H <sub>2</sub> O)/p(H <sub>2</sub> )	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5

Vzorky byly měřeny nejprve pomocí prosté infračervené reflektivity ve vakuovém FTIR spektrometru Vertex 70v (Bruker Optics) s využitím reflexního nástavce při téměř kolmém dopadu (11°). Naměřená spektra (obrázek neuveden) jsou dominována silným poklesem reflektivity z hodnoty 100% téměř na nulu, směrem k viditelné oblasti spektra. Tento pokles je zřejmě způsoben spektrálně závislým rozptylem na drsnosti vzorku. Absorpce SiO<sub>2</sub> a Fe<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> zcela zanikají a pokusy o odstranění této základní linie nebyly neúspěšné.

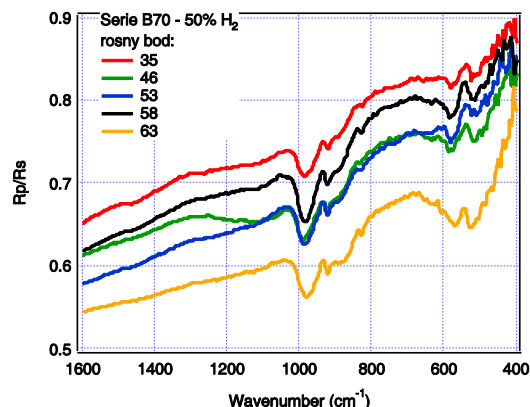
Druhá použitá metoda - měření reflektivity při velmi šikmém úhlu dopadu (anglicky: infrared reflection absorption spectroscopy IRRAS) - je velmi citlivá na

povrchovou vrstvou. Za předpokladu, že na substrátu s vysokou odrazivostí je tenká dielektrická vrstva pak poměr odrazivosti pro s- a p-polarizované světlo (Rp/Rs) odpovídá absorpci dielektrické vrstvy [5]. Měření bylo provedeno s nástavcem pro variabilní úhel dopadu a měřeno v rozsahu 70°- 85° střídavě pro s- a p-polarizaci. Vzhledem k tomu, že spektra v rozsahu měřených úhlů nevykazují podstatné rozdíly, jsou v obr. 4 a obr. 5 prezentována jen spektra pro úhel dopadu 80°.



Obr. 4 IRRAS spektrum - srovnání vzorku provozně oduhličeného a vzorku po rafinaci

Fig. 4 IRRAS spectra - comparison of production sample and sample after annealing in hydrogen



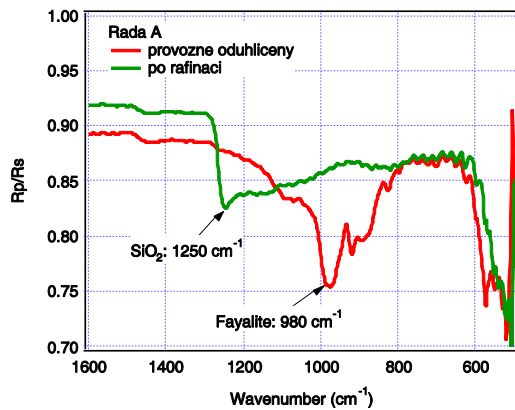
Obr. 5 IRRAS spektra laboratorně oduhličených vzorků  
Fig. 5 IRRAS spectra of laboratory decarburized samples

Srovnáním spekter vzorku provozně oduhličeného (A70o) a vzorku po rafinaci (A70r) pozorujeme jasnou změnu absorpce z 1000 cm<sup>-1</sup>, která pravděpodobně odpovídá fayalitu, na 1250 cm<sup>-1</sup> která odpovídá SiO<sub>2</sub>. Spektra také odpovídají krajním případům v obr. 2 ve shodě s US patentem 5,571,342.

V případě laboratorně oduhličených vzorků (obr. 5) nepozorujeme žádné významné změny v poloze absorpcí ani charakteru spektra. Za zmínku stojí, že ani v případě provozně oduhličeného vzorku ani laboratorních vzorcích nepozorujeme přítomnost absorpce SiO<sub>2</sub>.

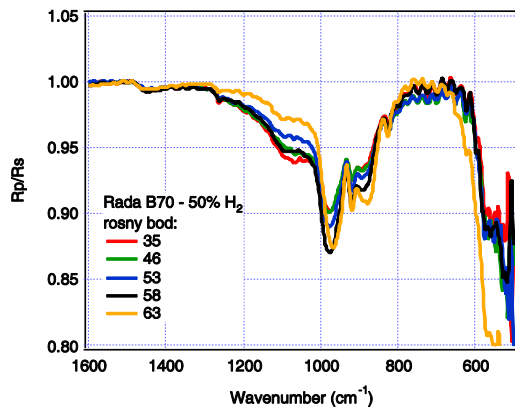
Proto byla provedena další série měření metodou ATR. Svazek infračerveného záření je nasměrován na hranol s vysokým indexem lomu (diamant n=2,38) ve kterém

dojde k totálnímu odrazu a svazek vystoupí. Pokud je k povrchu hranolu přiložen (přitlačen) vzorek pak dojde k vyvážení záření jen v případě, že index lomu vzorku je vyšší než index lomu hranolu. K tomu dochází především v oblasti absorpce, kdy je nárůst v indexu absorpce  $k$ , spojen s rychlým růstem indexu lomu  $n$  (viz obr. 3). Výsledná spektra tedy budou přibližně odpovídat spektru absorpce. Na rozdíl od metody IRRAS očekáváme lepší citlivost k dielektrické vrstvě, protože stav rozhraní vrstva-reflexní substrát, který je pro metodu IRRAS podstatný, je jen málo významný při technice ATR. Abychom mohli lépe srovnávat měřená spektra s modely, provedli jsme měření pro s- a p-polarizaci a pracujeme s podílem  $R_p/R_s$ .



Obr. 6 ATR spektrum - srovnání vzorku provozně oduhlíceného a vzorku po rafinaci

Fig. 6 ATR spectra - comparison of production sample and sample after annealing in hydrogen



Obr. 7 ATR spektra laboratorně oduhlícených vzorků

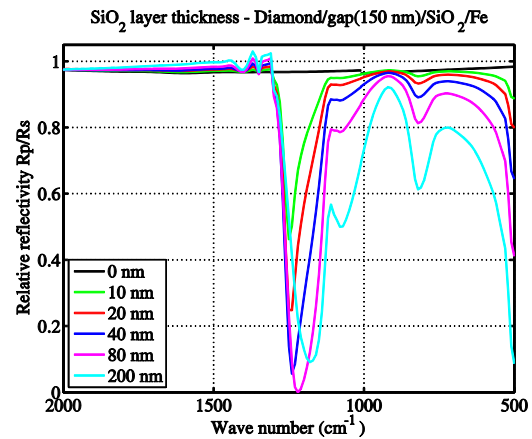
Fig. 7 ATR spectra of laboratory decarburized samples

Měřená ATR spektra vzorku provozně oduhlíceného a po rafinaci (obr. 6) odpovídají měřením pomocí metody IRRAS. Ve spektrech laboratorně oduhlícených vzorků (obr. 7) můžeme pozorovat zřejmou závislost velikosti absorpce kolem  $1000\text{ cm}^{-1}$  a také ve velikosti oblasti kolem  $1100\text{ cm}^{-1}$  na složení atmosféry při oduhlícení.

## Výsledky a diskuse

Při prozkoumání naměřených dat a také hodnot z literatury můžeme konstatovat, že předpokládané polohy absorpcí  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$  na vzorcích neodpovídají polohám tabelovaným. Sestavili jsme tedy

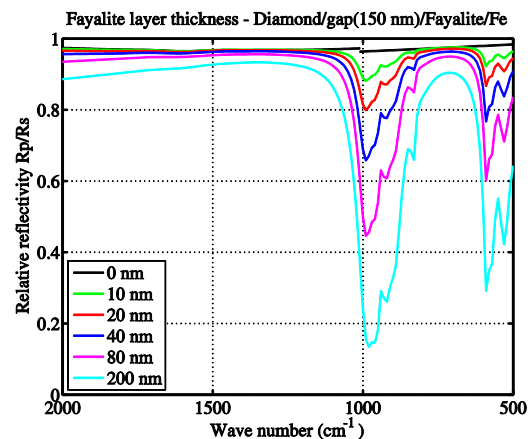
optický model pro výpočet ATR spekter. V modelu jsme počítali tenkou vrstvou  $\text{SiO}_2$  na Fe substrátu a měnili jsme tloušťku vrstvy. Nad tenkou vrstvou je vzduchová mezera (150 nm) a diamant, který odpovídá použité jednotce ATR.



Obr. 8 Vypočtená ATR spektra pro různé tloušťky vrstvy  $\text{SiO}_2$  na Fe substrátu

Fig. 8 Calculated ATR spectra for various thicknesses of  $\text{SiO}_2$  on iron substrate

V obr. 8 můžeme pozorovat podstatný vliv tloušťky vrstvy na polohu maxima a jeho tvar. Odhadnutá tloušťka vrstvy  $\text{SiO}_2$  na vzorku A70r je 40 nm. Podobně byla modelována ATR spektra fayalitu na železném substrátu (obr. 9). Bylo zjištěno, že poloha maxima absorpce není příliš závislá na tloušťce vrstvy v rozsahu do 200 nm a její poloha odpovídá provedeným měřením.

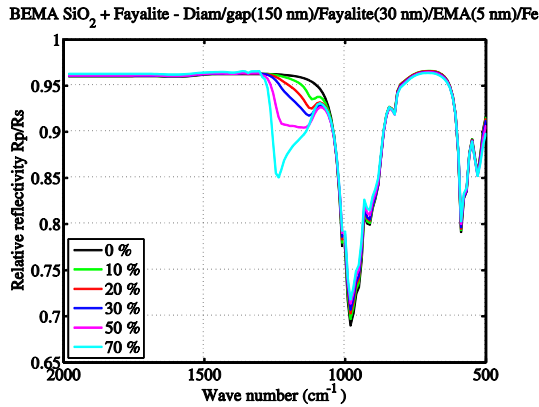


Obr. 9 Vypočtená ATR spektra pro různé tloušťky vrstvy fayalitu na Fe substrátu

Fig. 9 Calculated ATR spectra for various thicknesses of fayalite on iron substrate

Zkoumáním ATR spekter vzorků laboratorně oduhlícených (u kterých očekáváme postupnou změnu ve složení od  $\text{SiO}_2$  k fayalitu) zjišťujeme, že v žádném případě není pozorována současná přítomnost obou absorpcí ( $\text{SiO}_2$  a fayalit) jak to uvádí například [2] (viz obr. 2b). Sestavením řady modelů jsme našli kombinaci, která se nejvíce podobá pozorovaným spektrům. Tento model sestává z první vrstvy fayalitu (30 nm), dále pak směs fayalit a  $\text{SiO}_2$  (5 nm) a substrát

Fe. Optické konstanty složeného prostředí byly vypočteny pomocí Bruggemanovy aproximace efektivního prostředí (BEMA). V obr. 10 jsou zobrazena vypočtená spektra pro různé poměry  $\text{SiO}_2$ . Jedině model s velmi nízkou koncentrací  $\text{SiO}_2$  vzhledem k fayalitu realisticky napodobuje pozorovaná spektra. Jiné varianty s větší koncentrací  $\text{SiO}_2$  dávají spektrum podobné tomu v obr. 2b.



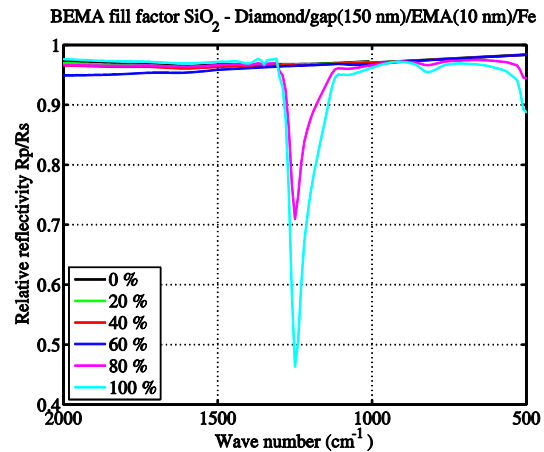
Obr. 10 Vypočtená ATR spektra pro systém Fayalit/Fayalite+ $\text{SiO}_2/\text{Fe}$  – imitující pozorovaná spektra laboratorně oduhlčených vzorků

Fig. 10 Calculated ATR spectra of the system Fayalite/Fayalite+ $\text{SiO}_2/\text{Fe}$  simulating the spectra of laboratory decarburized samples.

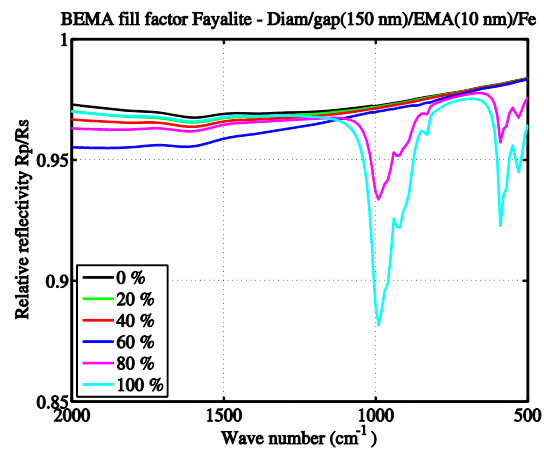
Tloušťky vrstev stanovené pomocí výše uvedeného modelu jsou řádově menší než drsnost vzorku, proto je musíme považovat za efektivní parametr modelu a nikoliv jako reálnou tloušťku. Celkově je ale určené množství oxidů ve výrazném nesouladu s očekávanou tloušťkou podpovrchové vrstvy kolem dvou mikrometrů. Vzhledem ke způsobu vzniku vrstvy oxidů, můžeme předpokládat, že  $\text{SiO}_2$  a fayalit jsou z větší části rozptýlené v železe a jen na samém povrchu vytvoří spojitou vrstvu [6]. Abychom stanovili vliv takto rozptýlených oxidů na infračervená spektra sestavili jsme modely efektivního prostředí  $\text{SiO}_2+\text{Fe}$  a  $\text{Fe}_2\text{SiO}_4+\text{Fe}$  a provedli simulace pro různé koncentrace oxidů. Výsledná spektra (obr. 11 a 12) ukazují, že pokud množství oxidu v železe klesne pod 80% jeho charakteristické absorpční čáry vymizí t.j. není detekovatelný použitou metodou.

## Závěr

Analyzovali jsme reflexní infračervená spektra řady laboratorně oduhlčených vzorků, které mají podpovrchovou vrstvu obsahující především  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$  (fayalit). Nejprve jsme ukázali, že vhodnou metodou pro identifikaci charakteristických absorpčních čar těchto oxidů je reflexně absorpční spektroskopie při šikmém úhlu dopadu kolem  $80^\circ$ . Měřenou hodnotou je poměr intenzit pro p- a s-polarizované záření. To nám přináší tu výhodu, že nepotřebujeme žádný referenční vzorek. Modelováním optických spekter s využitím



Obr. 11 Modelovaná ATR spektra –  $\text{SiO}_2$  částice rozptýlené v železe  
Fig. 11 Simulated ATR spectra –  $\text{SiO}_2$  particles in iron



Obr. 12 Modelovaná ATR spektra – částice fayalitu rozptýlené v železe

Fig. 12 Simulated ATR spectra – fayalite particles in iron

hodnot dielektrických funkcí  $\text{SiO}_2$  a fayalitu z literatury, jsme identifikovali jednotlivé absorpční čáry a odhadli jsme tloušťky vrstev oxidů v řádů desítek nanometrů. Pomocí dalších modelů jsme ukázali, že oxidy ( $\text{SiO}_2$ , fayalit) rozptýlené v podpovrchové vrstvě železa nepřispívají k reflexnímu infračervenému spektru. Jejich absorpce jsou zastíněny kovovým okolím a nejsou tedy detekovatelné. To vysvětluje neshodu v tloušťce vrstvy získané pomocí IČ spektroskopie a pozorované pomocí elektronové mikroskopie. Z toho také plyne, že přímá metoda měření infračervené reflektivity nemůže být použita ke stanovení celkového obsahu oxidů v podpovrchové vrstvě. Určitou citlivost na složení podpovrchové vrstvy vykazala ATR spektroskopie, která obsahuje více detailů ve spektrech. Ukázali jsme na laboratorně připravených vzorcích, že poměr absorpce fayalitu a  $\text{SiO}_2$  koreluje s poměrem  $p(\text{H}_2\text{O})/p(\text{H}_2)$ . Nevýhodou ATR spektroskopie je, že to není metoda bezkontaktní.

## Poděkování

Tento článek byl připraven v rámci projektu Regionální materiálově technologické výzkumné centrum reg. číslo CZ.1.05/2.1.00/01.0040 a s



*částečnou podporou z projektu FR-TI3/053 (MPO, ČR). Autoři děkují ArcelorMittal Frýdek-Místek za poskytnutí vzorků.*

#### Literatura

- [1] ISHITOBI, Hirotake, et al., Process for producing grain oriented silicon steel sheet, and decarburized sheet. U.S. Patent 5,725,681, 1998
- [2] KOMATSUBARA, Michiro, et al., Decarburized steel sheet for thin oriented silicon steel sheet having improved coating/magnetic characteristics and a method of producing the same. U.S. Patent 5,571,342, 1996.
- [3] *Handbook of Optical Constants of Solids*, Edited by: E. D. Palik, Elsevier, 1997.
- [4] PITMAN, K. M., DIJKSTRA, C., HOFMEISTER, A. M., SPECK, A. K., Infrared laboratory absorbance spectra of olivine: using classical dispersion analysis to extract peak parameters. *Monthly notices of royal astronomical society*, 2010, vol. 406, s. 460–481.
- [5] GRIFFITHS, Peter, De HASETH, James A., *Fourier Transform Infrared Spectrometry*. 2007, Wiley, 704 s.
- [6] TODA, H., SATO, K., KOMATSUBARA M., Characterization of internal oxide layers in 3% Si grain-oriented steel by electrochemical methods. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 1997, vol. 6, no. 6, s. 722-727.

**METAL<sup>®</sup>**  
**2013**

**22. ročník mezinárodní konference  
metalurgie a materiálů**

**2. OZNÁMENÍ**  
15. - 17. května 2013  
Hotel Voroněž I, Brno, Česká republika, EU

TANGER, spol. s r.o.  
VŠB - Technická univerzita  
Česká společnost pro nové materiály a technologie  
Inženýrská akademie České republiky  
ASM International Czech Chapter

Materials Research Society of Serbia  
Sociedade Portuguesa de Materiais  
Austrian Society for Metallurgy and Materials  
Norsk Materialteknisk Selskap  
Associazione Italiana di Metallurgia  
Société Française de Metallurgie et de Matériaux

# počítačová simulace, výpočetní metody

## Vliv hustoty sítě konečných prvků na výsledky simulací tahové a krutové zkoušky

### Effect of Mesh Density on the FEM Simulations of Tensile and Torsion Test

Mgr. Marek Vindyš, Ing. Petr Unucka, Ph.D., Aleš Bořuta, Ing. Tomáš Perna, RMTVC, MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Ostrava

*Metoda konečných prvků užívaná pro simulace tváření je založena na rozdělení tělesa na konečný počet oblastí – prvků. Tento proces se označuje jako síťování (diskretizace). Tato práce sleduje vliv volby hustoty sítě při 3D simulacích metodou konečných prvků na velikost výsledných veličin. První příklad simuluje namáhání zkušební tyče jednoosým tahem (tahová zkouška) a druhá simulace modeluje namáhání tyče krutem (krutová zkouška na univerzálním plastometru SETARAM). Simulace byly provedeny pomocí programu Forge 2011. Pro výpočet byly použity materiálové modely pro konstrukční ocel S355, získané zvláště z experimentálních výsledků tahové a zvláště z krutové zkoušky. Oba experimenty byly provedeny za teploty 940 °C, přičemž posuvná rychlost u tahové zkoušky byla 10 mm.min<sup>-1</sup> a frekvence otáček u krutové zkoušky byla 20 min<sup>-1</sup>. Stejně podmínky byly použity jako počáteční podmínky v numerických simulacích. Výpočet byl proveden vždy pro tři různé hustoty sítě, ve vzájemném poměru vzdáleností sousedních uzlových bodů 1:1,5. Následně byly porovnány závislosti tažné síly, resp. momentu síly na prodloužení, resp. natočení deformační části zkušební tyče. Výsledky simulací tahové a krutové zkoušky nebyly srovnávány mezi sebou, pouze v rámci jednoho typu.*

*The finite element method used for the metal forming is based on the distribution of elements in a finite number of areas-elements. This process is referred to as meshing or discretization. This paper explores the influence of mesh density options for 3D finite element simulations on the resulting values. The first example simulates stress test bar uniaxial tension (tensile test) and the second simulation models stress torsion of test bar (torsion test on a universal plastometer SETARAM). Simulations were performed using Forge 2011. The calculation used material models for structural steel S355, obtained from experimental results of tensile and torsion tests separately. Both experiments were performed at the temperature of 940°C, the strain rate tensile test was 10 mm.min<sup>-1</sup> and strain rate of torsion test was 20 rpm. The same conditions were used as initial conditions in numerical simulations. The calculation was performed for each of three different mesh densities, the ratio between the distances of neighboring nodes was 1:1.5. Subsequently, the dependences of the tensile strength or the moment on the elongation or rotation of the bar were mutually compared. The simulation results of tensile and torsion tests were compared with each other in one type only. When comparing the results of FEM simulations with different mesh densities of test bars, we see a significant dependence of the results on the density of the mesh. For both simulations, the finer mesh of bar gives satisfactory results in the simulations. Simulation of tensile test matches very well the experimental results. The simulation torsion tests show the differences depending on the rotation torque bars, especially in the low distortion and high contrast, where simulation fails to adequately describe the actual happening in the material - the dynamic recrystallization. For at least a little better behavior in simulated tensile twist makes it possible to increase the critical fracture criterion, even though it only postpones the moment of fracture of small value if we compare it with the experimentally detected values. For the simulation torsion tests the effect of mesh density is relatively strong, the tensile test is less pronounced. The relatively low density mesh (and large distances between mesh nodes) have been chosen so that the tension and torsion test bars are meshed at the same density. Simulation of torsion test is disproportionately computationally demanding than simulation of thrust.*

Pro simulace jednotlivých technologií tváření za tepla či za studena je jednou z nejčastěji používaných metod metoda konečných prvků (dále jen FEM). V rámci investic projektu Regionálního materiálově technologického výzkumného centra (RMTVC) byla zakoupena pro společnost MATERIÁLOVÝ A METALURICKÝ VÝZKUM s.r.o. (dále jen MMV) licence pro využívání programu FORGE firmy TRANSVALOR (Francie), pracující metodou FEM. Pro detailnější ověření vlivu hustoty sítě konečných prvků byly provedeny simulace základních experimentů, které jsou využívány při výzkumu deformačního chování a případného vývoje tvářecích procesů, a to zkušební krutem a jednoosým tahem. Cílem práce bylo tedy zjistit vliv hustoty sítě elementů ve FEM simulacích (FORGE 2011) tahové a krutové zkoušky na výsledky simulací. Konkrétně šlo o srovnání závislosti tažné síly na prodloužení (simulace tahu) a momentu síly na čase, resp. na otočení zkušební tyče (simulace krutu). Pro porovnání vhodnosti různých hustot byly výsledky také srovnány se skutečnými experimentálními daty.

Nelze v úvodu nezmínit několik základních faktů o přenosu a přepisu dat z experimentálních výsledků, resp. z numerických simulací testovacích postupů do matematických modelů reálných tvářecích procesů. V rámci výzkumu pod hlavičkou RMTVC již bylo zpracováno téma následujících nekompatibilit: reologické problémy vs. vlnové procesy vs. síť a jejich generování [1,2]. To značně limituje možnosti logického užití základního kritéria, ve kterém má být základní rozměr konečného elementu větší nežli vzdálenost uražená nejrychlejší vlnou v modelu. Je tedy vliv hustoty sítě na objektivitu simulace zkoušek tahem a krutem jevem typicky nelineárním. Rovněž relevance výskytu tzv. hydrostatického tlaku v kritériích porušení si vyžaduje nalezení alespoň slabých řešení Navier-Stokesových rovnic, které vymezí problém relevance viskozity a jejího druhu pro typy toků (kovu). Vymezovací koncepce reologických modelů materiálů pro okrajové podmínky je naivní a fyzikálně zatím nezdůvodnitelná. Proto vidíme poctivou mravenčí práci v numerických simulacích tahových a krutových zkoušek, jako šanci vytěžit jedno z mnoha lomových kritérií jako relativně použitelné, do případného zjištění opaku.

## 1. Simulace

Model použitých zkušebních tyčí pro oba způsoby namáhání má rozměry deformační části Ø6x50 mm. Deformační oblast tyče byla nasíťována jemněji než osazení tyče. V deformační oblasti zkušební tyče byly zvoleny tři hustoty sítě konečných prvků charakterizované vzdáleností sousedních uzlů v síti. Program FORGE používá elementy ve tvaru čtyřstěnu v 3D síti. Vzájemný poměr vzdáleností uzlových bodů pro sousední hustoty sítě byl 1:1,5. Síťování zkušební tyče bylo shodné pro simulaci tahu i krutu. Vzdálenosti uzlových bodů (hustota sítě) v deformační oblasti tyče shrnuje následující tab. 1.

Tab. 1 Rozdělení hustot nasíťování zkušebních tyčí pro tahovou a krutovou zkoušku

Tab. 1 Division of mesh densities of the test bar in simulations of tensile and torsion test

Jemnost sítě	Vzdálenost uzlových bodů
Hrubá	1,8
Střední	1,2
Jemná	0,8

Pro simulaci a experimenty byla zvolena konstrukční ocel S355 (0,19 hm. % C; 1,4 % Mn; 0,39 % Si). Pro program FORGE byl vytvořen nový materiálový model deformačního chování této oceli, zvlášť pro tah a zvlášť pro krut. Pro zjednodušení modely nesledují závislost deformačního odporu materiálu na teplotě ani na rychlosti deformace. Díky tomu bylo vhodnější popsat deformační chování materiálu pomocí tabulky a nikoli Spittelovu aproximaci, kterou program FORGE pro tváření za tepla standardně používá. Pro simulaci porušení materiálu technikou mazání jednotlivých elementů bylo zvoleno Latham-Cockroftovo lomové kritérium [1, 2]:

$$C = \int_0^{\bar{\epsilon}_f} \frac{\sigma_{max}}{\bar{\sigma}} d\bar{\epsilon} \quad (1)$$

kde  $\sigma_{max}$  je maximální napětí v tělese,  $\bar{\sigma}$  intenzita napětí,  $\bar{\epsilon}$  intenzita deformace,  $\bar{\epsilon}_f$  deformace při lomu.

V simulaci krutové zkoušky bylo nastaveno častější přesíťování – perioda přesíťování byla nastavena na 5 simulačních inkrementů oproti standardně používaným 20. Důvodem je snaha o pokud možno rovnoosý tvar elementů v síti. Teplota tyče nastavena na 940°C s homogenním rozložením v celém objemu tyče. Teplota okolí rovněž 940°C, okolní médium neproudící vzduch s koeficientem přestupu tepla 10W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>.

## 2. Experiment

Krutová zkouška byla provedena na univerzálním plastometru SETARAM v MMV. Doba předehřevu zkušební tyče na 940 °C byla 10 minut a rychlost otáčení 20 min<sup>-1</sup>. Tahová zkouška byla rovněž provedena na MMV při rychlosti posuvu 10 mm.min<sup>-1</sup> a stejné teplotě jako u krutu.

## 3. Výsledky simulací

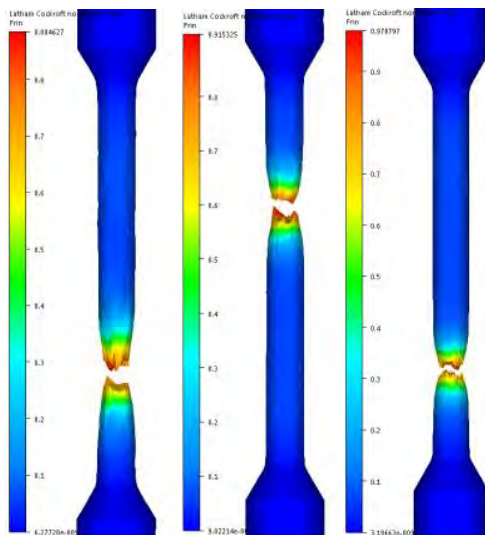
### 3.1 Tahová zkouška

Výsledky simulací tahové zkoušky a jejich srovnání s experimentálně získanými hodnotami vidíme na obr. 4. Graf znázorňuje závislost tahové síly na prodloužení zkušební tyče. Pro všechny hustoty FEM síť jsou tahové síly získané ze simulace nižší, než odpovídá skutečnosti, ale s rostoucí hustotou sítě se skutečnému průběhu síly v závislosti na prodloužení velmi blíží. V místech za mezí pevnosti se v simulacích objevuje lineárně sestupná závislost síly, která je tím strmější,

čím je hustota sítě větší. Tato oblast odpovídá tvorbě krčku v simulaci. K lomu dochází s rostoucí hustotou sítě při menším prodloužení tyče, což opět lépe odpovídá experimentálním výsledkům. Na obr. 1 je srovnáno umístění a tvar lomů při simulaci tahové zkoušky. Pokud srovnáme maximální hodnoty tažných sil (viz tab. 2) je zřejmé, že větší hustoty sítě odpovídají bližším výsledkům simulací k experimentálním hodnotám.

Tab. 2 Porovnání maximálních hodnot tažné síly při simulaci tahové zkoušky se skutečnou experimentální hodnotou  
Tab. 2 Comparison of maximal forces in simulations of tensile test in coarse (left), medium (middle) and fine (right) mesh with experimental data (Experiment)

Hustota FEM sítě	Hrubá	Střední	Jemná	Experiment
Maximum síly (N)	1650	1710	1720	1730



Obr. 1 Výsledky simulací tahu po lomu pro zleva: hrubou, střední a jemnou síť. Barvy označují velikost Latham-Cockroftova kritéria

Fig. 1 Results of FEM simulations of tensile test after fracture. From the left: coarse, medium and fine mesh. Color mark Latham-Cockroft criterion value.

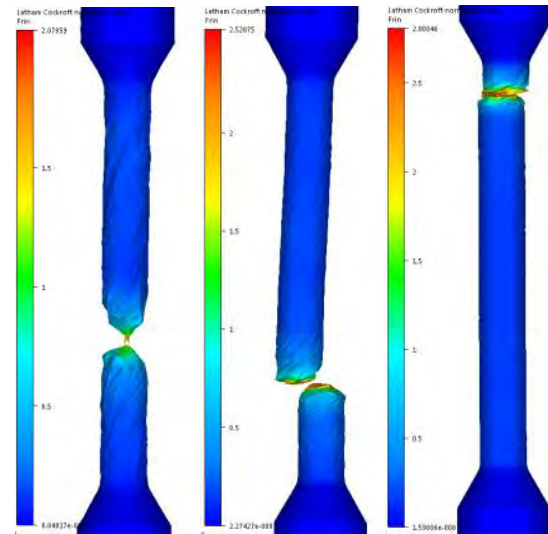
### 3.2 Krutová zkouška

Obdobně se z dat získaných během krutové zkoušky zhotovil materiálový model oceli S355 pro simulaci krutu. Výsledky shrnuje obr. 5. Je zřetelná silná závislost průběhu momentu síly na otočení v závislosti na hustotě sítě. S hustší sítí se simulace blíží skutečným hodnotám. Velkým problémem pro FEM simulace je postihnouti dynamické rekrytalizace materiálu. V simulacích dochází k lomu už v 7. až 9. sekundě zkoušky, což odpovídá při rychlosti otáčení 20 min<sup>-1</sup> otočení testované tyče o 2 až 3 otáčky. Ve skutečnosti došlo k lomu až ve 25. otáčce. Obr. 2 vystihuje tvar a umístění lomu při simulaci krutové zkoušky. Pokud srovnáme maxima hodnot momentu síly, opět se s vyšší jemností sítě přibližujeme

experimentálně zjištěným hodnotám (viz tab. 3). Detail oblastí lomu materiálu v simulaci tahové a krutové zkoušky je zachycen na obr. 3.

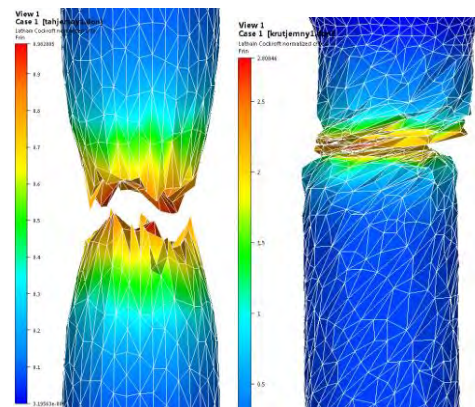
Tab. 3 Porovnání maximálních hodnot momentu síly při simulaci krutové zkoušky se skutečnou experimentální hodnotou  
Tab. 3 Comparison of maximal torques in simulations of torsion test in coarse (left), medium (middle) and fine (right) mesh with experimental data (Experiment)

Hustota FEM sítě	Hrubá	Střední	Jemná	Experiment
Maximum momentu síly (N.m)	4,020	3,860	3,740	3,705



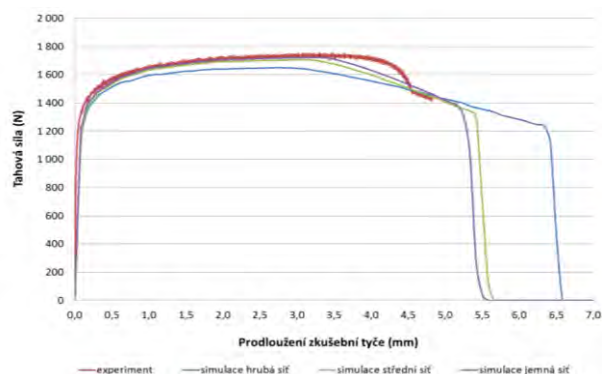
Obr. 2 Výsledky simulací krutu po lomu pro zleva: hrubou, střední a jemnou síť. Barvy označují velikost Latham-Cockroftova kritéria

Fig. 2 Results of FEM simulations of torsion test after fracture. From the left: coarse, medium and fine mesh. Color mark Latham-Cockroft criterion value.

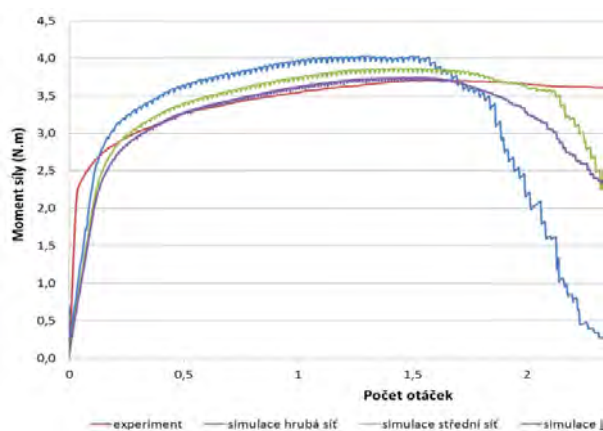


Obr. 3 Detail zkušební tyče v místě lomu ve FEM simulaci tahové zkoušky (vlevo) a krutové zkoušky (vpravo) se znázorněním jemné FEM sítě. Barvy vyznačují hodnotu Latham-Cockroftova kritéria

Fig. 3 Detail of the test bar in the place of fracture in FEM simulations of tensile test (left) and torsion test (right) with visible fine FEM mesh. Color mark Latham-Cockroft criterion value.



Obr. 4 Srovnání experimentálních dat s výsledky simulací pro různé hustoty sítě v případě tahové zkoušky  
Fig. 4 Comparison of experimental data and FEM simulation results in tensile test



Obr. 5 Srovnání experimentálních dat s výsledky simulací pro různé hustoty sítě v případě krutové zkoušky  
Fig. 5 Comparison of experimental data and FEM simulation results in torsion test

## Závěr

Při porovnání výsledků FEM simulací s různými hustotami sítě deformačních částí zkušebních tyčí vidíme značnou závislost výsledků na hustotě sítě. Pro obě simulace platí, že jemněji nasíťovaná tyč dává v simulacích uspokojivější výsledky. Simulace tahové zkoušky odpovídá velmi dobře experimentálním výsledkům. U simulace krutové zkoušky jsou vidět odlišnosti průběhu závislosti momentu síly na otočení

tyče, a to především v oblasti malých deformací nebo naopak velkých deformací, přičemž simulace z principu nedokáže fyzikálně smysluplně popsat skutečné děje v materiálu – dynamickou rekrystalizaci. U simulace krutové zkoušky je vliv hustoty sítě poměrně výrazný, u tahové zkoušky je výrazný méně. Jev borcení prvků během výpočtu není vůbec principálně důsledkem nedostatečného přesíťování (to jej eventuálně dokáže jen zakrýt pod koberec), nýbrž následkem nedostatečně dlouhé geodetické čáry spojující místa uchycení vzorku, podél níž se zkrucuje vztažná soustava při vložení algoritmu výpočtu na bázi FEM takovém, aby se při výpočtu objevily smysluplné výsledky pro daný účel fyzikálního jevu s krutem. Na charakter této linie (čáry) nemá přesíťování žádný vliv. Tím ovšem dochází zákonitě k výskytu zdánlivě různých míst porušení vzorku. Takto se stává vzájemná komplementarita odlišností průběhu závislosti momentu síly na otočení sítě v oblasti malých a velkých deformací jedním z nejdůležitějších výsledků provedených numerických experimentů.

Relativně nízké hustoty sítě (a velké vzájemné vzdálenosti uzlů sítě) byly zvoleny proto, aby byla pro tah i krut zkušební tyč nasíťována se stejnou hustotou. Simulace krutu je totiž nepoměrně výpočetně náročnější než simulace tahu. Pro jemnou síť výpočet simulace krutu trval pro 8 výpočetních jader přes 20 hodin.

***Tato práce vznikla při řešení projektu č. CZ.1.05/2.1.00/01.0040 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum“, v rámci Operačního programu Výzkum a vývoj pro inovace, financovaného ze strukturálních fondů EU a ze státního rozpočtu ČR.***

## Literatura

- [1] Perna, T. Poruchová  $\pi$ -kritéria a neslučitelnost toku (kovu) s vlnovými procesy v jednom problému, RMTVC obj.č. 13941402
- [2] Perna, T. Jak fixovat  $\pi$ -kritéria, RMTVC obj.č. 13941402
- [3] Forge 2009 Reference documentation
- [4] S. I. Oh, C. C. Chen and S. Kobayashi, “Ductile Fracture in Axisymmetric Extrusion and Drawing,” Journal of Engineering for Industry-Transactions of the ASME, Vol. 101, 1979, pp. 36-44. doi:10.1115/1.3439471

# hutní výroba v ČR a SR

## Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2011 a 2012

	Výroba *)			Výroba	Index	Výroba	Index	Výroba	Index
	srpen	září	leden-září	srpen		září		leden-září	
	2012	2012	2012	2011	2012/11	2011	2012/11	2011	2012/11
	tis.t			tis.t	%	tis.t	%	tis.t	%
<b>KOKS</b>									
CELKEM	280,45	272,12	2 546,94	298,00	94,11	274,48	99,14	2 579,69	98,73
z toho (HŽ) ČR	145,61	146,25	1 359,54	160,86	90,52	144,35	101,32	1 370,79	99,18
(HŽ) SR	134,84	125,87	1 187,40	137,14	98,32	130,13	96,72	1 208,90	98,22
<b>AGLOMERÁT</b>									
CELKEM	681,94	704,69	6 142,19	704,59	96,79	714,78	98,59	5 957,67	103,10
z toho ČR	401,79	441,79	3 845,24	461,49	87,06	454,64	97,17	3 867,03	99,44
SR	280,15	262,90	2 296,95	243,10	115,24	260,14	101,06	2 090,64	109,87
<b>SUROVÉ ŽELEZO</b>									
CELKEM	580,85	622,27	5 786,74	629,06	92,34	614,40	101,28	5 764,03	100,39
z toho ČR	286,57	348,93	3 033,68	357,59	80,14	335,85	103,90	3 174,69	95,56
SR	294,28	273,34	2 753,07	271,47	108,40	278,55	98,13	2 589,34	106,32
<b>SUROVÁ OCEL</b>									
CELKEM	718,10	815,70	7 406,27	815,03	88,11	804,50	101,39	7 548,05	98,12
z toho ČR	353,50	453,72	3 965,78	474,80	74,45	458,49	98,96	4 288,61	92,47
SR	364,61	361,98	3 440,50	340,23	107,17	346,01	104,62	3 259,44	105,55
<b>KONTISLITKY</b>									
CELKEM	683,95	775,40	7 041,91	772,78	88,51	755,08	102,69	7 100,22	99,18
z toho ČR	320,35	414,42	3 610,41	433,60	73,88	410,12	101,05	3 850,23	93,77
SR	363,61	360,98	3 431,50	339,18	107,20	344,96	104,64	3 249,99	105,58
<b>BLOKOVNY</b>									
CELKEM	49,92	50,12	432,65	51,50	96,93	49,52	101,21	452,93	95,52
z toho ČR	49,92	50,12	432,65	51,50	96,93	49,52	101,21	452,93	95,52
SR	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>VÁLCOVANÝ MATERIÁL</b>									
CELKEM	569,91	699,44	6 521,91	708,03	80,49	709,64	98,56	6 650,48	98,07
z toho ČR	315,48	380,12	3 579,59	402,58	78,37	400,60	94,89	3 836,57	93,30
SR	254,43	319,32	2 942,33	305,45	83,30	309,04	103,33	2 813,91	104,56
<b>TRUBKY</b>									
CELKEM	64,82	65,50	603,27	61,36	105,65	64,96	100,83	593,20	101,70
z toho ČR	42,25	43,19	405,70	41,44	101,95	44,43	97,19	409,50	99,07
SR	22,58	22,32	197,57	19,92	113,34	20,53	108,72	183,70	107,55
<b>TAŽENÁ, LOUPANÁ, BROUŠENÁ OCEL</b>									
CELKEM=(HŽ)Č	11,56	14,64	129,09	10,63	108,77	13,11	111,69	115,34	111,92
<b>STUDENÁ PÁSKA KLASICKÁ</b>									
CELKEM=(HŽ)Č	1,69	2,25	22,16	2,13	79,37	2,79	80,61	26,80	82,71

POZNÁMKA: \*) Za poslední měsíc jsou údaje předběžné

Zpracoval: Hutnictví železa, a.s. - ing. Vala

Meziroční porovnání měsíčních a postupných hutních výrob roku 2011 a 2012									
	Výroba *)			Výroba	Index	Výroba	Index	Výroba	Index
	září	říjen	leden-říjen	září		říjen		leden-říjen	
	2012	2012	2012	2011	2012/11	2011	2012/11	2011	2012/11
	tis.t			tis.t	%	tis.t	%	tis.t	%
<b>KOKS</b>									
CELKEM	272,12	271,62	2 818,56	274,48	99,14	283,65	95,76	2 863,34	98,44
z toho (HŽ) ČR	146,25	142,44	1 501,98	144,35	101,32	146,70	97,10	1 517,49	98,98
(HŽ) SR	125,87	129,18	1 316,58	130,13	96,72	136,95	94,32	1 345,86	97,82
<b>AGLOMERÁT</b>									
CELKEM	704,69	662,01	6 804,20	714,78	98,59	672,04	98,51	6 629,71	102,63
z toho ČR	441,79	377,11	4 222,35	454,64	97,17	414,19	91,05	4 281,23	98,62
SR	262,90	284,90	2 581,85	260,14	101,06	257,85	110,49	2 348,49	109,94
<b>SUROVÉ ŽELEZO</b>									
CELKEM	622,27	563,56	6 350,30	614,40	101,28	541,25	104,12	6 305,29	100,71
z toho ČR	348,93	285,99	3 319,67	335,85	103,90	273,90	104,41	3 448,60	96,26
SR	273,34	277,56	3 030,63	278,55	98,13	267,35	103,82	2 856,69	106,09
<b>SUROVÁ OCEL</b>									
CELKEM	815,70	712,03	8 117,70	804,50	101,39	737,09	96,60	8 285,14	97,98
z toho ČR	453,72	359,87	4 325,65	458,49	98,96	373,62	96,32	4 662,23	92,78
SR	361,98	352,16	3 792,06	346,01	104,62	363,47	96,89	3 622,91	104,67
<b>KONTISLITKY</b>									
CELKEM	775,40	674,19	7 715,50	755,08	102,69	696,81	96,75	7 797,02	98,95
z toho ČR	414,42	323,03	3 933,44	410,12	101,05	334,39	96,60	4 184,61	94,00
SR	360,98	351,16	3 782,06	344,96	104,64	362,42	96,89	3 612,41	104,70
<b>BLOKOVNY</b>									
CELKEM	50,12	44,68	477,33	49,52	101,21	39,96	111,80	492,90	96,84
z toho ČR	50,12	44,68	477,33	49,52	101,21	39,96	111,80	492,90	96,84
SR	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>VÁLCOVANÝ MATERIÁL</b>									
CELKEM	704,75	667,93	7 286,16	709,64	99,31	735,02	90,87	7 385,50	98,65
z toho ČR	385,43	368,05	3 952,95	400,60	96,21	399,57	92,11	4 236,14	93,31
SR	319,32	299,88	3 333,20	309,04	103,33	335,44	89,40	3 149,36	105,84
<b>TRUBKY</b>									
CELKEM	65,50	73,65	676,92	64,96	100,83	66,63	110,53	659,83	102,59
z toho ČR	43,19	50,75	456,45	44,43	97,19	44,25	114,68	453,75	100,59
SR	22,32	22,90	220,47	20,53	108,72	22,38	102,33	206,07	106,99
<b>TAŽENÁ, LOUPANÁ, BROUŠENÁ OCEL</b>									
CELKEM=(HŽ)Č	14,64	10,72	139,82	13,11	111,69	11,87	90,34	127,21	109,91
<b>STUDENÁ PÁSKA KLASICKÁ</b>									
CELKEM=(HŽ)Č	2,25	2,35	24,52	2,79	80,61	2,60	90,67	29,39	83,41
POZNÁMKA: *) Za poslední měsíc jsou údaje předběžné									
Zpracoval: Hutnictví železa, a.s. - ing. Vala									

# ze spolkové činnosti a odborných akcí

## 2. mezinárodní konference Small Sample Test Techniques



Tato konference byla, mimo jiné, podporována i Moravskoslezským krajem. Slavnostní zahájení konference provedli: prof. Ing. Ivo Vondrák, CSc., rektor VŠB-TU Ostrava, Doc. Ing. Jiří Cieńciała, CSc., rektor Vysoké školy podnikání Ostrava a zástupkyně Moravskoslezského kraje paní Blanka Sabová. Všichni

konstatovali, že pro Moravskoslezský kraj je velmi důležité, že na této akci se sešlo tak široké zastoupení vědecké obce ze světa, a jak je důležitý výzkum, vývoj a inovace a dosažení konkurenční schopnosti společností.

Česká hutnická společnost dlouhodobě spolupracuje jak s VŠB-TU Ostrava, Fakultou metalurgie a materiálového inženýrství, tak i se společností MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o. v oblasti prezentace nejnovějších výsledků v oblasti výzkumu, vývoje a inovací. Právě tyto dvě jmenované organizace spolu řeší projekt „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum“ v Operačním programu Výzkum a vývoj pro inovace. Tato konference byla jedním z výstupů řešení jmenovaného projektu.

Jednou z podmínek zařazení této konference do výše uvedeného kalendáře mezinárodních akcí je, že další její ročník se musí konat v jiné zemi. Proto se Česká hutnická společnost dohodla s rakouskou odbornou společností ASMET, že 3. ročník konference se bude konat v roce 2014 ve městě Graz v Rakousku.

Na závěr nutno podotknout, že konference měla velmi vysokou odbornou i společenskou úroveň a všichni účastníci konference vyslovili přesvědčení, že se sejdou za 2 roky znovu.

*Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.  
předseda České hutnické společnosti  
předseda organizačního výboru konference*

Ve dnech 2. až 4. října 2012 se v Ostravě konal 2. ročník mezinárodní konference pod názvem Small Sample Test Techniques – Determination of Mechanical Properties of Materials by Small Punch and Other Miniature Testing Techniques. Tato konference je zařazena do kalendáře evropských a světových mezinárodních odborných konferencí pod záštitou mezinárodního sdružení národních odborných společností – International Society of Steel Institutes. Konference byla organizována společností MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Fakultou metalurgie a materiálového inženýrství z VŠB-TU Ostrava, vydavatelem Hutnických listů OCELOT s.r.o. a Českou hutnickou společností.

Konference se uskutečnila v hotelu Park Inn Ostrava a zúčastnilo se jí 61 odborníků z 18 zemí světa. Během 3denního jednání zaznělo na konferenci 46 přednášek z oblasti zkoušení a stanovování vlastností materiálů, které se provádějí na velmi malých vzorcích. Obrovskou výhodou této rychle se rozvíjející zkušební metody je, že při odběru zkušební vzorku nedochází k poškození zkoumaného zařízení – např. kotle nebo rotoru turbíny.



## 2. Mezinárodní konference NDT 2012

### Mikroskopie a nedestruktivní zkoušení materiálů 2012

V dnech 17. – 18.10.2012 sa konala v Litoměřiciach 2. Medzinárodná konferencia NDT 2012 „Mikroskopie a nedestruktivní zkoušení materiálů 2012“. Usporiadateľom tejto konferencie bola Fakulta výrobních technológií a managementu UJEP v Ústí nad Labem v spolupráci s Ústavem kovových materiálů a korozního inženýrství Vysoké školy Chemicko-technologické v Praze. Hlavným sponzorom bol Olympus Czech group, s.r.o., člen koncernu. Na konferencii bolo prítomných 86 účastníkov z Českej republiky, Slovenskej republiky, Poľska a Rakúska. Konferenciu slávnostne otvoril dekan fakulty Výrobních technológií a managementu UJEP v Ústí nad Labem prof. Dr. Ing. František Holešovský. Po organizačných pokynoch, ktoré poskytol predseda organizačného výboru doc. Ing. Štefan Michna, PhD., sa začal sled prednášok. Všetky prednášky, ktoré odzneli počas konferencie, sú publikované v samostatnom zborníku i na CD.

1. Andršová, Z., Srbek, B.: The use of magnetic and ultrasonic structuroscopy for inspection of ADI/AGI castings
2. Borkowski, S., Stasiak – Betlejewska, R.: Value engineering as tehe way of quality problems solving in the steel construction management
3. Czajkowska, A., at al.: Application of electron scanning microscope in the analysis of the structure casting non-conformities aimed at optimalization of technological process parameters
4. Herman, A., Česal, M.: Temperature stability of the proces production of wax patterns for investment castin technology model
5. Hudec, Z.: Gas metal rapid arc welding poptential
6. Chocholouš, P., Müller, M.: Hodnocení adhezní pevnosti a interakce vrstev izolačních sendvičových materiálů
7. Kalincová, D.: Analysis of welded band – saw joint – influence of annealing process on joint microstructure and mechanical properties
8. Kejval, J. at al.: Hodnocení mechanických vlastností polymerních částicových kompozitů za použití moderní mikroskopie
9. Kejzlar, P.: Structure and mechanical properties of Fe-25Al-5Zr and Fe 30Al-5Zr intermetallic alloys
10. Klimecka-Tatar, D., Borkowski, S.: The effect of chlorhexidine on the colour and tint change of ceramic dental vaneer
11. Kolaříková M. at al.: Welding of normalized heat treated steels S355NL lerge thicknesses by method FCAW
12. Kušmierczak, S., Svobodová, J.: Microscopic evaluation of protective coating by coated sheets after corrosion load
13. Kušmierczak, S., Michna Š.: Možnosti posouzení kvality tepelného zpracování ocelí metalografickou analýzou
14. Madl, J.: Surface properties in precise and hard machining
15. Michalcová, A., Vojtěch, D.: Structure of rapidly solidified aluminium alloys
16. Michna, Š., Majrich, P.: Possible ways of obtaining an aluminium alloy by non – traditional waste processing of aluminium beverage containers
17. Michna, Š., Náprstková, N.: Využití fraktografie při analýze trhlin u slitiny AlCuSnBi po obrábění.
18. Müller, M. at al: Pryžový kompozit na bázi druhotných surovin
19. Nová, I., Machuta, J.: Squeeze casting results of aluminium alloys
20. Novák, P. at al.: Possibilities of the observation of chemical reactions during the preparation of intermetallics by reactive sintering
21. Nováková, L. at al.: Microstructure analysis of titanium alloys after deformation by means of asymmetric incremental sheet forming
22. Poková, M. at al.: TEM investigation of precipitation in Al – Mn alloys with addition of Zr
23. Rosenberg, G. at al.: Únavová odolnosť dvojfázových ocelí v prítomnosti mikroštruktúrnych nehomogenít
24. Rosenberg, G., at al.: Vplyv mikroštruktúrnych heterogenít na schopnosť dvojfázových ocelí absorbovať energiu
25. Ružička, L., Madl, J.: The importance of measured values number in evaluating the wear size of inserts
26. Sládek, A. at al.: The roudness anf microstructure of thin-wall bearing rings
27. Švec M. at al.: The effect of heat treatment on the structure of Nb and C doped FeAl iron aluminides

28. Sygut at al.: Investigation of the non-uniform temperature distribution on the matallic charge length during round bars rolling process  
mechanical properties of AlZn5,5Mg2,5Cu1,5 alloy
29. Āavodov, M.: Metdy hodnotenia drsnosti povrchu pri delen materilu abrazvnym vodnm lom  
Sasou konferencie bola prehliadka okolitho zmku a slvnostn vera, pri ktorej dekan fakulty prof. Dr. Ing. Frantiek Holeovsk odovzdal ocenenia za vznamn spoluprac s fakultou. Ceny za najlepiu fotografiu struktry materilu odovzdal predseda organizanho vboru doc. Ing. Stefan Michna, PhD. Zverom mono kontatova, že konferencia sa niesla v priateskej atmosfera a peknom prostredi historickch Litomric.
30. Trpevsk, J. at al.: Microscopical evaluation of hard zinc refining by aluminium.
31. Vaek P. at al.: Vyuit RTG zen k uren vnitn struktry technickch materilu polymernchasticovch kompozitu
32. Vojtch, D. at al.: Study of nano-crystalline metals prepared by selective chemical leaching  
*prof. Ing. Ivan Luk, PhD.  
len vedeckho vboru konferencie*
33. Weis, V., Stihavkov, E.: Influence of the homogenization anealing on microstructure and



## Spolupráce Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství, VŠB-TU Ostrava a Hutnické fakulty, TU v Košiciach

Ve dnech 21. a 22.11 2012 proběhly v rámci spolupráce Katedry neželezných kovů, rafinace a recyklace Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství (FMMI) Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava s Katedrou neželezných kovů a spracovania odpadov Hutnickej fakulty (HF) Technickej univerzity v Košiciach odborné přednášky na téma Materiálová recyklace odpadů. Cílem přednášek bylo představit nový koncept recyklace se zaměřením na zpracování odpadů, zejména komunálních a průmyslových.

Přednáškový cyklus zahájil proděkan FMMI pro vědu a výzkum prof. Ing. Miroslav Kursa, CSc. uvítáním hosta, našeho dlouholetého spolupracovníka prof. Ing. Tomáše Havlíka, DrSc. Ve svém úvodním vystoupení vyzdvihl aktuálnost spolupráce FMMI VŠB-TU Ostrava s HF TU v Košiciach, která vyplývá z obdobných problémů s odpady v obou regionech.

Přednášející prof. Havlík, mezinárodně uznávaný odborník v oblasti výroby neželezných kovů a zpracování průmyslových odpadů, představil nejdříve celkovou koncepci přednášek. Následovala první vyžádaná přednáška s názvem „Materiálová recyklace odpadů – minulost, přítomnost a budoucnost.“ Ve své přednášce autor charakterizoval odpady z pohledu minulosti i současné reality, a zároveň předložil vizi možnosti recyklace odpadů, jako významného zdroje druhotných surovin v blízké budoucnosti. Vyzdvihl význam recyklace z hlediska úspor materiálů a energie. Pozastavil se nad nadbytkem zpracovatelských kapacit v souvislosti s nedostatkem surovin a myšlenkou „waste-to-energy“, čili řešení energetických zdrojů pomocí využití odpadů. Přednáška měla u posluchačů, kterými

byli studenti oboru Neželezných kovů, rafinace a recyklace na FMMI a také studenti oboru Environmentálního inženýrství na Hornicko-geologické fakultě VŠB-TU Ostrava velký ohlas, který vyústil v následující širokou a otevřenou odbornou diskusi.

Následující den byl věnován další zajímavé přednášce s názvem „Aktivity Centra spracovania odpadov CENSO“, ve které prof. Havlík blíže představil projekty, které katedra v Košicích řeší. Uvedl příklady výsledků výzkumu v oblasti analýzy materiálového složení komunálního odpadu a recyklace OEEZ (odpadů z elektrických a elektronických zařízení) a možnosti získání kovů vzácných zemin. Zdůraznil význam recyklace použitých přenosných baterií a akumulátorů, kde je možno kromě olova získat kovy jako kobalt a lithium. Poukázal také na absenci efektivních recyklačních technologií v některých oblastech a podotkl, že univerzální technologie pro zpracování odpadů neexistuje. Každá zpracovatelská technologie je tedy obecně jiná, a to podle chemické nebo fyzikální povahy odpadů či podle účelu jejich využití v návazných výrobních oborech nebo spotřebitelské sféře.

Závěrem proděkan prof. Kursa srdečně poděkoval milému hostu prof. Havlíkovi za zajímavé přednášky a podněty k návazné diskusi a vyjádřil svou podporu další spolupráci obou fakult na připravovaných projektech.

*prof. Ing. Miroslav Kursa, CSc.  
Ing. Silvie Brožová, Ph.D.  
VŠB-TU Ostrava*

---

### Obracečka bram v Dillinger Hütte

Dillinger Hütte to install new slab turnover device. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 13

Německá firma Dillinger Hütte se rozhodla instalovat obracečku bram v blízkosti skladu bram. Obracečka je schopná obrátit o 180° bramy o tloušťce až 500 mm a bloky o délce až 12 500 mm při hmotnosti až 90 t. Obraceč má čtyři hydraulické válce a senzory, které řídí pohyb tak, aby obracení bylo plynulé a klidné. Zařízení dodala firma H&K Industrieanlagen a mělo by být zprovozněno koncem r. 2012.

LJ

## Hutnické listy – geneze

Ing. Jan Počta, CSc., CSM Ostrava

(Dokončení)

### Obraz národnostní problematiky v Hornických a hutnických listech a v Báňském světě

Prakticky všechny podniky v Čechách, na Moravě a ve Slezsku měly národnostně smíšený charakter. Zejména pak šachty, hutě, sklárny porcelánky, textilky, ale i jiné podniky, které byly lokalizovány v pohraničí nebo jiných národnostně smíšených územích, byly buď vyloženě německé nebo česko-německé. V poslední čtvrtině 19. století proběhlo několik vln úspěšné obrany nebo i ofenzívy českých politiků. V r. 1870 vrcholil zápas české reprezentace v čele s F. Palackým a F. L. Riegrem o české vyrovnání v rámci Rakousko-Uherska, které vyústilo v tzv. fundamentální články obsahující státoprávní postavení Českého království a rovnost jazyků. V r. 1871 však fundamentální články panovníkem nebyly přijaty, o což se zasadila německá a uherská reprezentace, padla snaha o české vyrovnání a hned nato se zostřily národnostní perzekuce. V r. 1880 dosáhli čeští politici podporovaní ministrem A. Pražákem úspěch ústící ve vládní nařízení ke konečnému zrovnoprávnění všech zemských jazyků, tedy i češtiny, jako úředního jazyka, platné až do r. 1918 [4]. Přesto se na počátku 20. století projevovaly snahy různých správních orgánů o germanizaci. Svědčí o tom článek, který obsahoval zprávu o stížnosti Spolku architektů a inženýrů v Království českém ze dne 27.11.1902 na půdě Říšské rady na germanizační snahy Vrchního horního hejtmanství a revírních báňských úřadů.

Zde nešlo jen o poněmčení úředních a služebních styků a o vytlačování Čechů z klíčových manažerských funkcí, ale také o ekonomický vliv. O tom svědčí publikovaný povzdech nad liknavostí Živnostenské banky a jiných finančních domů, které dopouštěly převádění dolů z českého vlastnictví novým německým majitelům. To je několikrát příklad výprodeje českého majetku, který se v historii dříve i poté vícekrát opakoval. Germanizační snahy, kterým museli čeští technici čelit, nepřestávaly ani později, o čemž svědčí publikace z r. 1911 informující o útocích proti českým závodním inženýrům. Česká strana si tyto tendence pochopitelně nenechala líbit a prováděla různé protitahy. Chopily se jich však i ryze nacionalistické a populistické skupiny, jako např. organizace Jednota, často prezentovaná v Hornických a hutnických listech. V r. 1916 – 1917 vystupňovala svůj odpor až do vyloženého nepřátelství vůči Němcům. V r. 1918 se již v časopisu její publicita neobjevovala.

Národnostní spory se nevyhnuly ani akademické půdě. Neblaze se projevíly v řevnivosti báňské akademie v Lubně a Příbrami a ve vlastní vysokoškolské výuce na VŠB. V té době vrcholily snahy Lubna přemístit příbramskou výuku do Vídně. Publikace v Hornických a hutnických listech v té souvislosti připomněly jako nejhroší léta pro VŠB období 1870 – 1874. V r. 1870 absolvoval studium na VŠB jediný posluchač, v r. 1871 a dalších dvou letech nevyšel dokonce žádný absolvent. Národnostní třenicí prorostly také do spolkového života. S cílem zvýšení své váhy česká strana nesprávně udávala místo a datum založení spolku Prokop. Jeho založení datovala do r. 1898 v Příbrami. Až prof. PhDr. Josef Theurer uvedl ve svém proslovu na valné hromadě spolku Prokop dne 30.5.1908 věc na správnou míru: Ono datum 1898 se vztahuje jen na Příbram. Ve skutečnosti byl spolek Prokop, jako spolek slovanské části posluchačů, po dvouletých přípravách založen již 17.10.1888 v Lubně.

Po těžkostech v české montanistické výuce nedaly na sebe dlouho čekat ani problémy v publikační činnosti. Neušlo to pozornosti německé vědecké a akademické sféry, která s patřičným důrazem poukazovala na nízkou úroveň českého montanistického časopisu. Sekční výbor montanistického sdružení ve Štýrsku a Korutanech se sídlem v Lubně zamýšlel dokonce založit nový rakouský odborný list a přenést do Lubna ústřední oborové sdružení. Ruku na srdce – na kritice bylo v té době mnoho pravdy. Po r. 1908 se totiž z Hornických a hutnických listů vytratily původní hlavní články. Častější byly články přejaté z jiných časopisů (Vesmír, Geologie), s čímž souvisí i posun v oborovém zaměření tohoto periodika. Na úkor hlavních článků z montánních oborů přibýly zprávy a zajímavosti o zeměpisných výpravách a objevech (Scott, Amundsen). Česká strana si nepřipouštěla objektivní kritiku a své problémy sváděla na národnostní útoky proti sobě. (pozn. red.: Kolikrát se to v historii opakovalo a asi ještě bude opakovat?) Po r. 1910 se již situace zase zlepšila, nejprve však v hornických publikacích a až posléze v hutnictví. Úpadková vlna se ještě jednou opakovala v r. 1915, kdy časopisy z celého ročníku měly jen 8 listů vč. obálky. Zde je vidět úpadek zapříčiněný patrně válkou.

Ani Báňský svět se nevyhnul vlnám poklesu publikační úrovně. Kolem r. 1929 se v něm objevovalo minimální množství hlavních článků z hutnictví. Nebyla výjimkou čísla, která obsahovala jen 2 až 3 hlavní články. Ani jejich úroveň nebyla vysoká. Dokonce i aktivita pravidelných dopisovatelů upadala a rozhledy a zprávy ztrácely na zajímavosti. Národnostní spory neměly však jen své negativní důsledky. Vyvolaly i tvůrčí vzepětí české technické obce. Tak Hornické a hutnické listy č. 4/1909 otiskly kompletní provolání prof. F. Počty ke IV. sjezdu českých přírodozpytců a lékařů. Sjezd se usnesl na zavedení jednotného názvosloví ve vědách

lékařských, přírodních a technických. Byla to výzva k sepsání odborného slovníku česko-německo-francouzsko-polsko-ruského, iniciovaná slovanskými hosty na sjezdu. Kontrola byla naplánovaná na další sjezd v r. 1913. Prof. F. Pošta byl jmenován předsedou komise pro zpracování přírodovědní a technické části.

Stejný tvůrčí počín lze vysledovat ze založení Hornicko-hutnické matice pro vydávání české hornické a hutnické literatury, jak to již v nových podmínkách po vzniku Československa publikoval Svaz československých horních a hutních inženýrů v Báňském světě v r. 1923

### **Obraz spolkového života, společenského života a osobní zprávy v Hornických a hutnických listech a v Báňském světě**

Sdružování českých architektů a inženýrů se ukázalo jako velice efektivní prostředek ke zvyšování úrovně v technickém rozvoji i prosazování odborných a národních zájmů. Také v montanistice se povedlo realizovat stejný postup. Do zákonné legislativy se podařilo prosadit hornické sdružování. Na základě zákona o hornických společenstvích z r. 1896 vznikala hornická společenství pro rudný revír Plzeň–Stříbro, černouhelný revír Kladno–Slaný, báňský revír České Budějovice, pro hnědouhelný revír Sokolov–Loket a pro druhý hnědouhelný revír Chomutov–Most–Teplice.

Zprávy v Hornických a hutnických listech pravidelně přinášely četné informace ze společenského života. Byly to seznamy jmenovaných profesorů do státních zkušebních komisí, nových vysokoškolských absolventů v Příbrami, ale i jmenovaných techniků do funkce závodních dolů, oznámení o povýšení do vyšších funkcí, odchodech do výslužby a samozřejmě četná oznámení životních jubileí, dokonce i zásadní oznámení ctihodných dcer horních radů a dvorních radů. Tento časopis hrál významnou společenskou úlohu. Prezentoval osobnosti autorů a pravidelných dopisovatelů, mezi nimiž se kromě jmen autorů u výše uvedených článků objevovala jména dalších přispívatelů k vydávání časopisu: závodní na jámě Louis ve Vítkovicích Erich Mládek, závodní na jámě Karolina a Šalamoun Arnošt Lipanský, závodní na jámě Eleonora v Orlové, později báňský inspektor Karel Frič, zoolog, paleontolog a geolog Antonín Frič a další [10]. Příslušníci některých starých ostravských rodin zde rozpoznají své předky.

V tomto smyslu v časopisu nechybí publikace věnované význačným českým montanistům z manažerské nebo akademické sféry, obsahující jejich kompletní životopisy a bibliografii. V Hornických a hutnických listech lze tak nalézt publikace tohoto typu věnované osobnosti V. Jičínského, prof. F. Pošepného, prof. Hrabáka nebo zemřelým členům redakčního výboru a redakce, kteří až do své smrti aktivně a obětavě pracovali na vydávání časopisu.

Významným mezníkem v historii VŠB bylo udělení čestného doktorátu prezidentu T. G. Masarykovi v r. 1925 k 75. výročí založení této báňské akademie (zal. 1849). Zpráva o tom však byla v Báňském světě uveřejněna až s ročním zpožděním. V nových poměrech po vzniku Československé republiky se zlepšily podmínky pro vysokoškolskou výuku v rámci VŠB, pro výuku na středních školách i pro život mimo rámec škol. Tak hned počínaje r. 1919 vznikaly podpůrné organizace pro studenty. Byly to např. podpůrné spolky pro posluchače, o kterých psal asistent J. Teindl, Akademická menza – spolek pro výživu studentstva, Studentský Domov – s finanční podporou ze strany YMCA a YWCA, Evropská pomocná akce studentská (Europa Student Relief) a v r. 1920 prezidentem T. G. Masarykem iniciované Obrodné hnutí čsl. studentstva, jehož příbramská pobočka vznikla 21.1.1921. Vedle spolků vazujících se k akademické sféře docházelo k přerodu oborových spolků z průmyslové praxe. Informuje o tom článek v Báňském světě z r. 1928, jehož obsahem je sdělení o novém Svazu báňských a hutních inženýrů.

### **Obraz sociální a společensko-ekonomické situace v Hornických a hutnických listech a v Báňském světě**

Obraz sociální situace dělnictva je ze všech oblastí publikovaných v Hornických a hutnických listech nejméně radostný. Hned v prvním čísle časopisu je líčena hornická stávka nebývalých rozměrů. Stávka vypukla 25.1.1900 na jámě Karolina a Šalamoun v Moravské Ostravě a záhy se rozšířila na celé Vítkovické horní a hutní těžířstvo a posléze na celou předlitavskou část mocnářství. Dělnictvo plně využívalo svých zákonných možností, které je ke stávkám beztretně opravňovaly na základě tzv. koaličního zákona z r. 1870. Tón článků k takovým tématům v časopisu nezapřel tichou solidaritu autorů s počínáním dělníků. Vždyť pravidelní dopisovatelé časopisu často pocházeli z těch nejprostších sociálních poměrů. Nemohli však zavírat oči před demoralizací zproletarizovaných vrstev obyvatelstva. A tak se v Hornických a hutnických listech objevovaly i články o opilství a kriminalitě na Ostravsku přejeté z časopisu Obzory. Toto ožehavé téma z počátku 20. století je z písemných zpráv nebo ústního sdělení známo ještě dnes nejstarším obyvatelům Ostravy. Je známa pamětní pohlednice z Ostravy (obr. 9), kterou s patřičným sarkasmem vydaly polygrafické závody jako novoroční blahopřání, znázorňující anonymní opilce tak hojně se potulující po tehdejších městských ulicích.

Výsledkem několikaletých stávkových vln bylo v r. 1902 uzákonění 9hodinové pracovní doby pro podpovrchové pracovníky v dolech. Ale z publikací v časopisu ještě v pozdější době vyplývá, že uvedení 9hodinové pracovní doby v život se rodilo velmi těžko a muselo se v r. 1903 přistoupit k soudnímu mechanismu. Stávkové



Obr. 9 Ironická dobová pohlednice z Moravské Ostravy na počátku 20. století

vlny neutichaly. Znovu ožívaly v r. 1904. Teprve v r. 1907 vyšlo vládní nařízení omezující zaměstnávání mladistvých a dětí v hornictví. Týkalo se to mužské části mládeže ve věku 14 – 18 let. Byla stanovena omezení ve hmotnosti manipulovaných břemen nebo výši teploty pracovního prostředí a vyjmenována zakázaná pracoviště. Limity však ve výjimečných případech mohly být překračovány a dokonce mohly být výjimečně zaměstnávány děti ve věku 12 – 14 let.

Ani vysokoškolští absolventi nebyli zcela samozřejmě chráněni proti sociálním hrozbám. Proto v r. 1913 vznikl komitét pro založení Stavovské organizace absolventů technických vysokých škol v Praze. Posláním organizace bylo hájení odborných a sociálních zájmů mladých inženýrů.

Kromě výše zmíněných národnostních sporů nenarušovalo vcelku nic v dalších letech zažitý publikační řád Hornických a hutnických listů. A to i přesto, že začala 1. světová válka, která v zemích monarchie ovlivnila veškerý život. První zmínka, která připomíná válku, byla v časopise publikována překvapivě až v květnu 1915. Tehdy Hornické a hutnické listy otiskly zprávu o c.k. nařízení ze dne 28.3.1915 k trvalému udržování výrobních kapacit spojených s dodávkami kovů pro válečné účely. A další taková nařízení brzy následovala: c.k. nařízení k rekvírování veškeré ropy vytěžené v říši, rozšiřování a nové otvírky k těžbě měděných a olovených rud, opakované c.k. výzvy k upisování válečných půjček státu směřované všem státním finančním institucím (státní pokladny, berní úřady, banky, spořitelny, záložny, říšská pošta).

Válka zhoršila sociální postavení obyvatelstva, zejména dělníků, ale i studentů. Proto Ministerstvo veřejných prací vydalo v r. 1916 nařízení o péči horníků poškozených válkou. Rozumí se tím válečné zranění horníků s trvalými zdravotními následky bránícími jejich dalšímu setrvávání v původním zaměstnání. Pro tyto horníky tak neslavně se navrátilivšími z fronty byly zřizovány rekvalifikační kurzy pro jejich další pracovní uplatnění. V této souvislosti se v Hornických hutnických listech v r. 1917 prezentovala Hornická invalidní škola. V prvním školním roce měla 20

frekventantů, v dalším 54 frekventantů. Vyučovacímí předměty byla fyzika, chemie, obchodnictví, občanská nauka, hornictví, zdravotnictví, rýsování, geologie, hornické strojnictví, elektrotechnika, mechanika, kreslení a jazyk německý. Když Rakousku-Uhersku na frontě i ve válečné logistice docházel dech, muselo se přistoupit ke zpětnému povolávání horníků z fronty do šachet, protože chyběly pracovní síly k těžbě. Také pro studenty VŠB byly vyhlášovány různé úlevy v souvislosti s jejich odchodem do války nebo návratem z fronty.

Obrovská úleva z ukončení bojů a z národního osamostatnění 28.10.1918 byla patrná z úvodního článku Hornických a hutnických listů č. 11/1918. Autoři Ant. Ed. Plzák za vydavatele a Dr. Jos. Peters za redakci přivítali osvobození od Němců s nefalšovaným nadšením a vyjádřili nosnou myšlenku, že v návaznosti na klíčovou úlohu českého hornictví a hutnictví v rakousko-uherském hospodářství bude základem ekonomiky Československé republiky právě hornictví a hutnictví.

Hned v následujícím 12. čísle časopisu představila příbramská akademická obec plán na inovaci postavení VŠB, shrnutý do několika bodů: vyučovací jazyk čeština; přesídlení vysoké školy do Prahy jako samostatný ústav nezávislý na pražské technice; rozvoj sbírek, knihovny a laboratoří; vypracování nového studijního řádu; založení nových kateder; podřídit VŠB pod Ministerstvo veřejných prací. Brněnská představa bylo přesídlení školy do Brna a podřízení pod Ministerstvo školství a národní osvěty. Zde se tedy opakovaly představy prezentované už dříve v souvislosti s návrhy na řešení národnostních vztahů v montanistickém školství ještě v lůnu Rakouska-Uherska.

V Báňském světě již sociální a společensko-ekonomická oblast nebyla publikovaná. Tuto úlohu sehrávaly jiné časopisy s vyšší frekvencí ve vydávání, především týdeník Hornický věstník a Hornické rozhledy. Báňský svět si ponechal svou původní technickou koncepci.

○ ○ ○

Po 2. světové válce určitou dobu vycházel ještě další časopis, a to již s ryze vědecko-technickým zaměřením a využitím pro praxi – Báňský obzor (obr. 10). Redakční rada byla složena ze členů, jejichž jména dnešním pamětníkům jsou již vesměs důvěrně známá, protože jejich učebnice nebo jiné literární práce či přednášky byly součástí studijních pomůcek při vysokoškolském studiu: prof. Ing. Dr. František Čechura, Ing. Dr. Ladislav Čepek, Ing. Dr. Josef Formánek, Ing. Dr. Gustav Měska, Ing. Dr. Václav Šusta, Ing. JUDr. Bohumil Voleník, prof. Ing. Dr. Vladimír Zedník.

Redaktorem byl Ing. JUDr. Pavel Vitouš. Časopis vydával od r. 1947 Spolek československých inženýrů a architektů v Praze. Tento časopis se sice váže k montánnímu oboru, ale nepatří již ke genetickým předkům Hutnických listů, protože ty se začaly vydávat



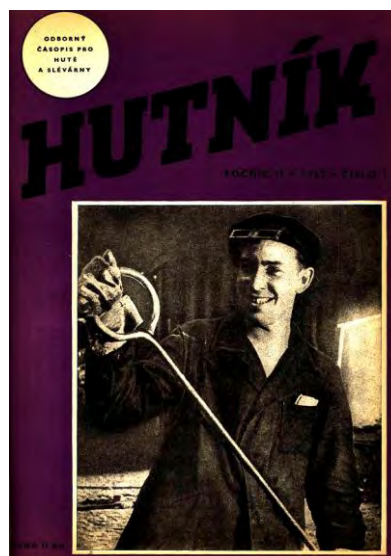
Obr. 10 Titulní strana časopisu Báňský obzor, roč. 1, 1947  
(zdroj: Knihovna VŠB-TU Ostrava)

o rok dříve, už od 1.7.1946 [1, 2]. Báňský obzor měl 32 stran a neobsahoval žádnou inzerci. Publikovaná problematika byla od počátku valnou většinou hornická a geologická. Přesto časopis dával prostor pro publicitu teoretických věd. Tak v něm lze nalézt např. příspěvky k tématu spojnicových nomogramů (V. Štěpánský). Hutnická problematika byla vesměs na ústupu a byla zde prakticky zastoupena jen jménem prof. Zedníka.

Po 2. světové válce se ještě vydávaly další báňské časopisy, jejichž sloučením vznikl dnešní odborný časopis Uhlí, rudy, geologický průzkum. Tento časopis vybočuje z rámce hutního oboru. Zabývá se tématem těžby surovin, geologického průzkumu a zahlazování stop hornické činnosti v krajině.

Ale od r. 1951 vycházel souběžně s Hutnickými listy druhý hutnický měsíčník nazvaný **Hutník**, vydávaný nejprve odborářským nakladatelstvím Práce, později Státním nakladatelstvím technické literatury SNTL v Praze. Zakladatelem časopisu bylo Ministerstvo hutního průmyslu a rudných dolů. Redaktorem byl Josef Dvořák. Titulní strana časopisu (obr. 11) měla budovatelský obsah, jemuž vždy odpovídal také duch úvodních článků v každém čísle. Časopis byl zaměřený na praktickou oblast v hutích a slévárnách a publikoval cenné provozní zkušenosti. V r. 1990, kdy jeho činnost byla ukončena, přešly všechny publikace plně do Hutnických listů. Nedá se však říci, že by to bylo sloučení obou časopisů. Přesto lze tento časopis kromě Hornických a hutnických listů a Báňského světa považovat za jednoho z genetických předků nových Hutnických listů, jejichž vydávání se po dvouleté odmlce, zapříčiněné nevyjasněností jejich hospodářské situace i statutu, obnovilo v r. 2008.

Zpětný pohled do historie hornických a hutnických periodik vytváří obraz o bohaté tradici montanistických periodických publikací vydávaných v českém nebo slovenském jazyce. Když pomíneme dvacetiletou přestávku po zastavení časopisu Horník v 19. století,



Obr. 11 Titulní list Hutníka, 1952, roč. II, č. 1  
(zdroj: Archiv OCELOT s.r.o.)

tříletou ediční přestávkou za II. světové války a u novodobých Hutnických listů dvouletou přestávkou v letech 2006 a 2007, mají autoři v našich zemích pro své publikace k dispozici odborné časopisy již úctyhodnou dobu plných 143 let. Po ony dva roky absence ve vydávání novodobých Hutnických listů se k odborným publikacím nabízely jiné prostředky, které se rozšířily počínaje 50. lety minulého století a trvají dodnes, jako např. sborníky vědeckých prací na fakultách, sborníky přednášek na konferencích nebo jiné časopisy, především s materiálovým zaměřením.

Všech 65 dosud vydaných ročníků Hutnických listů je nepřehledným zdrojem poznatků z metalurgie, materiálového inženýrství a navazujících nebo souvisejících oborů z doby jejich největší slávy v extenzivním rozvoji i v současné etapě intenzifikace a obrody těchto oborů. Nesmí se však zapomínat ani na publikace v historických a zaniklých časopisech. Všechny ročníky a všechna čísla těchto historických časopisů (Hornické a hutnické listy, Báňský svět a další) byly zdrojem pro nesčetné množství autorových poznámek, z jejichž výběru pochází tato publikace. Archiv Hutnických listů, který je nyní ve vlastnictví nového vydavatele a který zahrnuje všechna vydaná čísla, je svědek pile českých a slovenských techniků, případně jejich kolegů ze zahraničí, kteří se vši pílí, cílevědomostí a trpělivostí budovali a dále rozvíjejí znalostní základnu v oboru hutnictví a návazných nebo souvisejících oborech, a to bez ohledu na to, v jakých podmínkách společensko-ekonomické formace autoři pracují.

#### Literatura

- [1] POČTA, J. Hutnické listy – počátky. *Hutnické listy*, 2008, roč. LXI, č. 5, s. 92-94. ISSN 0018-8069
- [2] POČTA, J. Hutnické listy – počátky. *Hutnické listy*, 2008, roč. LXI, č. 6, s. 61-64. ISSN 0018-8069
- [3] MAGENSCHAB, H. *Josef II, cesta Rakouska do moderní doby*. Amalthea Signum Verlag, Sien, 2006 (orig. vydání), Euromedia

- group, k.s. – Ikat, Praha, 2008 (čes. překl.), 248 s. ISBN 978-80-249-1001-7
- [4] ČAPKA, F. aj. *Dějiny země koruny české v datech*. Nakladatelství Libri, Praha, 1999. 1001 s. ISBN 80-7277-000-4
- [5] PERNES, J. *Spiklenci proti jeho veličenství*. Praha: Mladá fronta, edice Archiv, 54. svazek, 1988, 317 s.
- [6] *Hornické a hutnické listy*, 1900, roč. I, č. 1
- [7] *Hornické a hutnické listy*, 1905, roč. VI, č. 4, s. 52
- [8] *Charakteristika válcovacích tratí*. Praha: TEVÚH, 1978
- [9] NAVRÁTIL, B. Sokol-Tůma pozvedl v Ostravě kulturu. *Moravskoslezský deník*, 25.7.2012, odd. Region, s. 6
- [10] POČTA, J. *Rodinný archiv autora*. Ostrava
- [11] BREZINŠČAK, M. *Veličiny a jednotky v technické praxi* (čes. překl.). Praha: SNTL, 1970, 467 s.
- [12] *Hornické a hutnické listy*, 1904, roč. V, č. 4, s. 147
- [13] *Hornické a hutnické listy*, 1902, roč. III, č. 8
- [14] HORÁK, Z. aj. *Technická fyzika*. Praha: SNTL, 1960, 1435 s.
- [15] TOMÁŠEK, K. Devět desiat rokov od ukončenia činnosti Banském akademie v Banském Štiavnici 1762 – 1919. *Hutnické listy*, roč. LXII, č. 1, s. 82-83. ISSN 0018-8069

## O padesát let později – osobní ohlédnutí

Ing. Frank Wheeler, CSc., University of Toronto, Canada

Výročí poskytují zpravidla příležitost ohlédnout se zpět nejen na samu oslavovanou událost, ale rovněž i na uplynulá léta. Rok 2012 pro mě znamená řadu osobních výročí: 50 let od promoce na VŠB, 20 let od obhajoby mé disertační práce pro vědeckou aspiranturu a pět let od úmrtí mého učitele, rádce a přítele, prof. Ing. Zdeňka Bůžka, CSc. Asi nebude překvapivé, že při příležitostech jako je tato, si kladu otázku: “Jak dobře mě moje Alma Mater připravila pro mou kariéru v inženýrství?” Tato otázka má v mém případě mezinárodní kontext.

I když jsem se narodil a vyrostl v USA, své technické vzdělání jsem získal v tehdejší Československu. Po vyučení ve Spojených ocelárnách Kladno jsem na Kladně absolvoval i Hutní průmyslovou školu. Mé kroky pak vedly do dalšího ocelářského města, do Ostravy, kde jsem po absolvování oboru hutního inženýrství na Vysoké škole báňské začal působit ve své Alma Mater jako vědecko-výzkumný pracovník v Ústavu elektrometalurgie, tehdy vedeném docentem Zdeňkem Bůžkem. Zahájil jsem rovněž své studium vědecké aspirantury.

Když se ohlížím zpět, uvědomuji si, jaké jsem měl štěstí, že podmínky, které tehdy v Československu převládaly, nejen umožňovaly, ale ve skutečnosti člověka podporovaly růst v profesní dráze, který vedl od vyučení v průmyslovém podniku přes technickou střední školu až po universitu a doktorská studia.

Když jsem se v roce 1970 vracel zpět do mé rodné Severní Ameriky, tanulo mi pochopitelně na mysli: Jak dobře jsem připraven na to, abych pokračoval v kariéře inženýra v Severní Americe? Konkrétně, jak bude mé vzdělání v Československa použitelné pro práci ve světově renomované konzultační inženýrské firmě Hatch?

Stručná odpověď zněla: “Velmi dobře”. Ale konkrétněji: pětiletý program magisterského studia na VŠB zahrnoval nejen všechny základní předměty: matematiku, deskriptivní geometrii, fyziku, chemii, ale i

řadu dalších předmětů a oborů, potřebných pro kariéru inženýra, jako jsou např. fyzikální chemie, mineralogie, hydraulika, konstrukce strojů, spalovací technika, ekonomie a další. V osnovách studia jsme přirozeně měli, v souladu s názvem fakulty, i všechny hutnické předměty: od metalografie, přes neželezné kovy, výrobu surového železa, výrobu koksu až po výrobu oceli, včetně tváření a konečné úpravy kovů. Stručně řečeno: komplexní technické vzdělání.

Fakulta dobře využívala své polohy v ocelovém srdci republiky. To poskytovalo nejen realistický obraz průmyslového odvětví, o které jsem měl zájem, ale i

cenný zdroj zkušených externích přednášejících z průmyslové sféry. Některé z kurzů, které měly největší dopad na mou kariéru, přednášeli inženýři z provozů, kteří si vyhradili část svého cenného času na to, aby se podělili o svá těžce vydaná moudra s námi – budoucími inženýry.

Například kurz konstrukce průmyslových závodů nám přednášel hlavní inženýr strojírenského útvaru místní ocelárny. Bylo mi velkým potěšením i obohacením mít možnost diskutovat s ním o mém vlastním projektu. Bylo to pro mne inspirací, abych rozvíjel svůj zájem o projektování a výstavbu závodů.

Podobně význam kurzu aplikované elektrotechniky šel v mém případě za rámec běžného předmětu. Náš instruktor, vedoucí elektroinženýr na Nové huti, nás fascinoval příklady ze skutečného provozu. Skutečné prozření mi ale přinesla zkouška z tohoto předmětu: byla to má první a bohužel též jediná zkouška sestávající z diskuse a samostatného vysvětlení technické problematiky popsané v jakémkoliv odborné knize, výkresech nebo technických poznámkách, které jsem si ke zkoušce sám zvolil a přinesl. Všichni studenti jsme však byli předem upozorněni: “Bůh vás chraň, jestli nebudete rozumět materiálu, který jste donesli! Vyrazím vás!”. Bylo to jasné sdělení: inženýrská praxe není založena na tom, že se něco naučíte nazpaměť nebo



jen reprodukovat, nýbrž na schopnosti definovat problém, najít potřebné informace a připravit řešení.

Jestliže pět let magisterského studia mi dalo základy, pak deset let strávených ve funkci vědecko-výzkumného pracovníka na Ústavu elektrometalurgie je možno považovat jako dokončení školy. Tento ústav, založený a vedený docentem Bůžkem, skutečným vizionářem, byl unikátní a v mnoha ohledech v koncepci předběhl svou dobu:

- Výuka studentů byla úzce napojena na vědecko-výzkumné činnosti ústavu.
- Základní a aplikovaný výzkum byl vzájemně propojen, přičemž jeho výsledky byly zaměřeny na zdokonalení průmyslových operací.
- Cíle vědecko-výzkumných prací byly určovány potřebami průmyslu.
- Rozumělo se samo sebou, že úspěšné řešení úkolů vyžadovalo komplexní víceoborový přístup. Členy ústavu tak byli nejen hutní inženýři, ale i zástupci dalších oborů (mechaniky, elektrotechniky, automatizace).
- Zásadní důležitost ekonomiky výroby byla chápána dokonce i v prostředí plánovaného hospodářství. Tudíž jsme v týmu měli i ekonomy.

Tato zkušenost byla přímo aplikovatelná v mé práci u konzultační inženýrské firmy Hatch. U firmy Hatch

jsem se účastnil práce ve víceoborových týmech pracujících na výběru technologie, projektování a výstavby závodu. Vyhodnocení potřeb našich zákazníků vždy zahrnovalo výsledky aplikovaného výzkumu.

Po odchodu od firmy Hatch do důchodu se mi dostalo výsady přednášet v kurzu projektování technologických závodů pro poslední ročník Katedry nauky o materiálu a inženýrství na University of Toronto. V podstatě jsem tak opsal úplnou kružnici a jsem zpět v akademické oblasti, přičemž využívám především své profesní zkušenosti získané na obou stranách oceánu.

Při práci se studenty jsem začal stále více a více oceňovat důležitost toho, aby se studenti naučili dovednosti kritického myšlení a řešení problému. Pochopení významu schopnosti kritického myšlení je možno zpětně vysledovat až u starých Řeků. Bohužel ale v soudobé éře obrovského rozvoje vědy a relativní přehlcenosti informacemi, vyvolané počítačovými technologiemi a médii, je snadné nahlížet na naši roli vzdělavatelů jako na pouhé přenašeče těchto informací. Největší výzvou pedagogů v technických oborech je však přehodnocení jejich role a přeměna z poskytovatelů informací na zaměření k pomoci studentům při rozvoji jejich schopnosti kritického myšlení, kterou budou potřebovat ke zpracování a využití dostupného informačního bohatství.

---

## Spor o vysoké pece ve Francii

týden.cz, ČTK

27.11.2012

Největší světová ocelárna ArcelorMittal už není ve Francii vítaná. Ministr reindustrializace Arnaud Montebourg řekl, že podnik neplní sliby, které dal vládě v roce 2006, kdy společnost Mittal Steel indického podnikatele Lakšmího Mittala převzala francouzský Arcelor. Vrcholí tak zřejmě spor o dvě vysoké pece, které chce ArcelorMittal zavřít na severovýchodě Francie.

"My už Mittala ve Francii nechceme, protože oni Francii nerespektují," řekl ministr v rozhovoru s ekonomickým listem Les Echos. Podnikatel Mittal podle ministra "ostudně lhal" hned od samého začátku, kdy francouzské ocelárny získal. Mittal prý neplní sliby, které dal vládě v Paříži ohledně dalších plánů své firmy. Ministrův výpad vůči nadnárodní hutní skupině, která mimo jiné působí i v České republice, by mohl zhoršit už tak dost vyhrocený spor. Ten je klíčový pro snahu socialistického prezidenta François Hollande, který se snaží v tamní ekonomice zachránit co nejvíce pracovních míst. Vláda rovněž usiluje o reindustrializaci země, k čemuž má samostatné ministerstvo.

Montebourg patří k nejlevicovějším členům současné francouzské vlády. Minulý týden ministr uvedl, že vláda by mohla přechodně zestátnit ocelárnu ve Florange, dokud jí nenajde nového majitele. ArcelorMittal už dříve pohrozil, že ocelárnu zavře, pokud pro ni vláda do tohoto týdne nenajde kupce. To znamená, že dvě vysoké pece ve Florange by se mohly zastavit už v sobotu, tedy od 1. prosince (pozn.red.: Textace aktuální ke dni publikace originální zprávy). Montebourg později svá slova trochu mírnil a na svém účtu na Twitteru napsal, že i když metody ocelárny ArcelorMittal jsou diskutabilní, skupina prý bude ve Francii i nadále působit. Ocelárna ve Francii funguje na více než 100 místech a zaměstnává tam zhruba 20 tisíc lidí.

SB

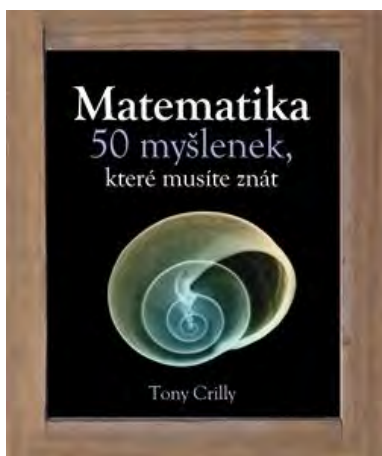
# recenze

*Tony Crilly*

## Matematika – 50 myšlenek, které musíte znát

(Recenze Ing. RNDr. Bohumil Tesařík)

Padesát jedinečných esejí o královně věd. "Potíž s matematikou je v tom, že jak s ní jednou začnete, už se jí nezbavíte.." Terry Pratchett, autor série knih Úžasná Zeměplocha



Každá knižní recenze má plnit několik funkcí: především upozornit, pro které čtenáře autor knihu psal a tím trochu varovat ty ostatní, pokusit se o nalezení chyb a to, co v díle chybí, a konečně pohrozit, že při zpracování takové

náročné problematiky mohlo být ještě hůře. Nuže, s čím by měli potenciální čtenáři počítat, když vezmou do rukou knížku pěti desítek jasných a stručných esejí matematických pojmů a problémů "Matematika – 50 myšlenek, které musíte znát" (Slovart, Praha 2012, 1. vyd., 208 str., překlad z anglického originálu Jozef Koval), kterou napsal profesor katedry matematických věd na Middlesexské univerzitě (hlavním předmětem zájmu jeho výzkumů je historie matematiky), autor a redaktor bezpočtu prací o chaosu a výpočetní technice a zároveň jeden z nejznámějších současných popularizátorů přírodních věd a matematiky Tony Crilly.

Matematika je tak rozsáhlý vědní obor, že není možné, aby ji kdokoli zvládl v celé její šíři. Každý se však může pustit do jejího objevování a najít si k ní vlastní cestu. O tom, že je matematika pro každého, svědčí obliba sudoku či počítačových her, dokazující, že lidé dovedou řešit matematické problémy i bez její dokonalé znalosti a zároveň mít z toho potěšení. To, že si lidé často pod slovem matematika představují pouhou rutinní a nezábavnou aritmetiku, jí na oblibě pochopitelně moc nepřidá. Pokud jí však vůbec nerozumíme, je to horor, protože všechny technické a technologické trumfy moderní doby jsou závislé na tomto oboru. Není to zcela něco nového, neboť již v první polovině 19. století ruský matematik a tvůrce neeuclidovské geometrie N.I.Lobačevskij vyslovil názor, že "neexistuje jediná

oblast matematiky, a to jakkoli abstraktní, která by se jednou nedala aplikovat na jevy reálného světa". Matematika nyní prožívá vzrušující období, protože v poslední době byla vyřešena řada důležitých matematických problémů. Současný rozvoj v oblasti počítačů tomu jistě v některých případech pomohl, ale někdy je i výpočetní technika bezradná.

Padesát zařazených námětů vybral profesor Crilly podle svého osobního úsudku, nicméně se mu podařilo dosáhnout jejich vyváženosti: najdeme zde všední i komplikované problémy, teoretickou i aplikovanou matematiku, abstraktní i konkrétní starověké i moderní úlohy:

- Začínají nulou a končí posledním z nevyřešených problémů teoretické matematiky Riemannovou hypotézou, za jejíž vyřešení je vypsána odměna milion amerických dolarů.
- Seznamuje se zrodem matematiky, od egyptských zlomků po římské číslice.
- Vysvětluje téměř mystický význam čísla  $\pi$  a prvočísel, Fibonacciho čísel a zlatého řezu.
- Hovoří o věcech, s nimiž jste se ve škole nesetkali - jaký praktický význam má kalkul, statistika a algebra, jaké uplatnění nacházejí imaginární čísla, kde se protínají rovnoběžky, jak velké je nekonečno, co je princip holubníku či problém obchodního cestujícího a čtyř barev.
- Objasňuje velkolepé myšlenky, jako jsou teorie relativity, teorie chaosu, fraktály, genetika a hyperprostor.
- Odhaluje nevyřčenou argumentaci ukrytou za sudoku, luštěním kódů, loterií, hazardními hrami, hospodařením s penězi a za složeným úrokem.
- Popisuje poslední úžasné pokroky včetně důkazu Velké Fermatovy věty.

To vše doprovázeno mnoha nákresey, příklady i anekdotami. S četbou této knihy je nutné nespěchat a ponořit se do ní, jen když budete mít chuť a klid. Kromě několika málo výjimek jsou všechny kapitoly soběstačné. Můžete do textu vstoupit kdekoliv a jakmile se z nějakého důvodu "zaseknete", není problém

tuto pasáž opustit a zkusit jinou. Navíc tímto postupem snad ještě lépe porozumíte širí okruhů matematických námětů a užasnete nad překvapivými vzájemnými propojeními různých témat, který celý obor sjednocují do utěšeného celku, jehož síla a dosah jsou nedozírné.

Závěrem si dovoluujeme použít volně upravené první řádky z knihy Příběhy matematiky prof. RNDr. Milana Mareše, DrSc.: "Kniha je věnována všem, kterým ve škole matematika nepřipadala jako šíření poplašných zpráv."

*Michal Korecký – Václav Trkovský*

## Management rizik projektů se zaměřením na projekty v průmyslových podnicích

*(Recenze doc. Ing. Radim Lenort, Ph.D., prof. Ing. Emilie Krausová, CSc.)*

V nejrůznějších společenských i odborných aktivitách a polemikách často slyšíme konstatování „to je riziko podnikání“. Vždyť však každou lidskou činnost provází přece určité riziko. Samotný pojem rizika je bezobsažný, pokud jej nevztáhneme ke zcela určité činnosti, pokud se nezeptáme, čím je právě zde ono riziko dáno a jak může ovlivnit žádoucí výstup, výsledný efekt příslušné činnosti. Zvláště významný je v tomto smyslu pojem rizika v ekonomické sféře, ve sféře řízení podnikatelských aktivit, tedy řízení podnikatelských systémů a projektů. Přitom v současných podmínkách globalizované ekonomiky, hyperkonkurence, akcelerace technického rozvoje, rostoucích a strukturálně rychle se měnících potřeb má poznání podnikatelského rizika principiální význam pro strategické, ale i operativně-taktické řízení. Již nestačí pouze deklarovat vnitřní a vnější podnikatelské příležitosti a hrozby. Je nutno analyzovat a hodnotit, s jakými riziky je spojeno využívání těch či oněch příležitostí a poznatků, omezování či eliminace hrozeb. Je nutno hledat možnosti minimalizace rizikovosti manažerského rozhodování při zabezpečování ekonomické viability a účinnosti podnikatelských aktivit. K manažerským kompetencím v podnikatelské sféře proto dnes nepochybně patří schopnost analyzovat, kvalitativně i kvantitativně hodnotit rizikovost podnikatelského rozhodování a schopnost řízení podnikatelského rizika.

Význam hodnocení a řízení podnikatelského rizika si v současné době uvědomuje i česká podnikatelská praxe, které teoretická fronta nabízí řadu publikací především zahraničních (cizojazyčných i překladových), ale i původních českých, pro seznámení se základními pojmy, s možnými přístupy k posuzování a řízení rizikovosti určitých ekonomických aktivit. Poprvé se

však nabízí možnost systémového poznání managementu podnikatelského rizika, a to v původní



české publikaci dvojice autorů Michal Korecký – Václav Trkovský: **Management rizik projektů se zaměřením na projekty v průmyslových podnicích** (Grada Publishing, a.s., Praha 2011, ISBN 978-80-247-3221-3). Integrovaně pojatá publikace v rozsahu 521 textových stran a obsáhlé 40stránkové přílohové části nese pečeť šťastného autorského spojení dlouholeté manažerské praxe ve sféře řízení výzkumných a vývojových projektů, ve sféře strategického řízení výrobních procesů, s fundovanou teoretickou základnou a encyklopedickou znalostí dosud publikovaných prací.

Nejvýznamnější částí publikace je předkládaný návrh metodiky identifikace, hodnocení a řízení rizik podnikatelských projektů, reálně uplatnitelný i ve sféře managementu podnikatelského subjektu, jakým je výrobní podnik (oba autoři působí v průmyslovém podniku). Navržená metodika je doložena konkrétním příkladem a postupem jejího zavádění do manažerské praxe. Pozitivně je možné hodnotit i didaktickou úroveň publikace, v níž obecný výklad (teoretická báze každé z deseti kapitol) je doprovázena ilustrativními příklady, které velmi přístupnou formou a názorně dokumentují příslušný poznatek, příslušný teoreticko-metodický prvek. Cennou součástí publikace je také přehled literárních zdrojů, který uvádí ve známost 137 titulů (cizojazyčných, překladových i původních českých) s tematikou managementu rizik.

Obsah publikace nepochybně ocení zájemci o problematiku procesního a projektového řízení jak z teoretické sféry, tak ze sféry manažerské praxe. Lze ji doporučit zejména manažerům průmyslových projektů a procesů, ale také vysokoškolským studentům a všem, kdo se snaží do svého odborného profilu začlenit manažerskou schopnost poznání a řízení rizik. Je mimo pochybnost, že publikace bude užitečná také těm, kdo jsou odborně orientováni a působí ve sféře metalurgické a na ni navazující strojírenské výrobě.

**Štefan Michna, Sylvia Kuśmierczak**

## **Praktická metalografie**

(Recenze prof. Ing. Ivan Lukáč, PhD.)

Na Univerzite Jana Evangelisty Purkyně v Ústí nad Labem, Fakulta výrobních technologií a managementu vznikla zaujímavá a pre hutníctvo veľmi užitočná publikácia „Praktická metalografie“. Autormi monografie sú doc. Ing. Štefan Michna, PhD. a Ing. Sylvia Kuśmierczak, PhD. z Katedry technologií a materiálového inžinýrství. Monografia je napísaná na 244 stranách a členená, mimo úvodu, do šiestich kapitol. Autorom 1., 4. a 6. kapitoly je doc. Michna, kapitola 2 a 5 je napísaná spoločne obidvoma autormi a Ing. Kuśmierczak je autorkou 3. kapitoly. Tieto jednotlivé kapitoly nadväzujú na seba v logickom slede.

Úvodom treba zdôrazniť, že táto monografia je napísaná takým spôsobom, že je ju možné použiť nie len ako univerzitnú učebnicu pre poslucháčov, ktorých štúdium sa týka, v materiálovej problematike, ale aj ako praktickú pomôcku pri riešení technologických problémov vo výrobnej praxi.

Dlhoročné praktické skúsenosti a poznatky z pôsobenia v priemyselnej sfére využil doc. Michna aplikáciou bohatej dokumentácie štruktúr, subštruktúr vo všetkých kapitolách, kde je samostatným autorom, resp. spoluautorom. Takáto dokumentácia umožňuje spolu

s majstrovsky napísaným sprievodným textom ľahké pochopenie danej problematiky tak poslucháčom ako aj pracovníkom v praxi, ktorí potrebujú tieto informácie pre riešenie technologických úloh.

Kapitola „Využitie fázového kontrastu pri identifikácii štruktúrnych zložiek u hliníkových zliatin“ je unikátna. Cenné sú i kapitoly, v ktorých sú uvedené konkrétne údaje potrebné pre praktickú metalografiu, ako sú napríklad informácie o príprave metalografických vzoriek pre jednotlivé materiály, alebo makroskopické a mikroskopické hodnotenie materiálov podľa ČSN. Z teoretického i praktického hľadiska je potrebné vyzdvihnúť kapitolu 2, kde sú popísané možnosti a aplikácia tak bežnej ako aj v súčasnosti špičkovej prístrojovej techniky.

Pokiaľ je všeobecne známe, monografia s týmto zameraním nebola a nie je k dispozícii v Českej republike, ani vo Slovenskej republike a nie je ani v inej zahraničnej literatúre. Je na zvážení autorov, či toto dielo by nebolo vhodné preložiť do svetového jazyka.

Záverom možno konštatovať, že monografia „Praktická metalografie“ je na vysokej pedagogickej i odbornej úrovni a odporúčam ju v plnom rozsahu k vydaniu.

---

### **Nové zařízení RH ve Španělsku**

Tubos Reinidos orders RH plant. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 17

Španělská firma Tubos Reinidos objednala u firmy SMS Mevac vakuovou jednotku RH. Kapacita této jednotky bude 400 000 t oceli za rok. Jednotka zajistí velmi nízký obsah nečistot a mimořádně nízký obsah plynů v oceli určené pro výrobu trubek. Uvedení do provozu je plánováno na třetí kvartál 2013. Výrobní cyklus bude zahrnovat zpracování na RH zařízení a následné zpracování v pánvi. Doba cyklu bude krátká, jen 60 minut.

LJ

### **ThyssenKrupp modernizuje plynulé odlévání**

ThyssenKrupp Steel Europe to revamp continuous caster. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 14-17

Firma ThyssenKrupp Steel Europe objednala u firmy SMS Siemag modernizaci zařízení pro plynulé odlévání brám č. 1 v Závodě Duisburg-Beeckerwerth. Původní zařízení bylo vybudováno v r. 1974 a bylo modernizováno v r. 1985 a 1998. Odlévají se na něm bramy z vysoce pevných ocelí, ocelí typu ULC a IF a další oceli používané na pocínovaný plech, tenké plechy, trubky a tlusté plechy. Modernizace je plánována na r. 2014. Jejím cílem je zvýšení kvality a rozšíření výrobních možností. Budou se odlévat bramy o šířce 1 000 až 2 150 mm při tloušťce 257 mm. Prodlouží se chladicí úsek. Dále se počítá s výměnou stávajícího jednofluidního chladicího systému za chladicí systém s vodní mlhou s šířkově nastavitelným odstavňným úsekem v chladicí zóně.

LJ

# konference, výstavy, veletrhy

## Kalendář mezinárodních odborných konferencí

Dne 7. listopadu 2012 se konalo v Düsseldorfu, ve společnosti VDEh pravidelné zasedání sdružení The International Society of Steel Institutes ([www.issisteel.org](http://www.issisteel.org)). Toto sdružení složené z 29 národních odborných společností se v SRN schází pravidelně každý rok u příležitosti konání konference STAHL, která se konala v letošním roce ve dnech 8. a 9. listopadu. Cílem pravidelných setkání je seznámit odbornou veřejnost se současnou situací v oblasti metalurgického průmyslu ve světě, ale hlavně sestavit kalendář mezinárodních odborných konferencí na další období. Rok 2013 bude poněkud chudší na konání mezinárodních konferencí. Budou se pořádat tyto konference :

### A. Hlavní koordinované evropské konference

1. The 6<sup>th</sup> European Rolling Conference (ERC) a the 9<sup>th</sup> International Rolling Conference (IRC), June 10 - 12, 2013, Venice (Italy) – informace : [www.metallurgia-italiana.net](http://www.metallurgia-italiana.net)

### B. Hlavní koordinované mezinárodní konference

1. The 5<sup>th</sup> International conference STEELSIM, September 10 - 12, 2013, Ostrava (Czech Republic)  
informace : [www.mmvyzkum.cz](http://www.mmvyzkum.cz)
2. The 9<sup>th</sup> International conference GALVATECH 2013, September 23 - 27, 2013, Beijing (China)  
informace : [www.galvatech2013.com](http://www.galvatech2013.com)

Je třeba zdůraznit na závěr, že Česká republika zastoupená Českou hutnickou společností se pravidelně zúčastňuje těchto zasedání. Do kalendáře mezinárodních konferencí se tedy daří zařazovat i akce konané v České republice, jejichž pořádání se podílí i Česká hutnická společnost.

*Ing. Jaroslav Pindor, Ph.D.  
předseda ČHS*

**Odborné konference, veletrhy a výstavy v r. 2013**

Termín	Název	Místo	Další informace
28. - 30.1.2013	18 <sup>th</sup> Mexican Steel Forum	Monterrey, Mexiko	<a href="http://www.amm.com/EventDetail/5286/18th-Mexican-Steel-Forum.html">www.amm.com/EventDetail/5286/18th-Mexican-Steel-Forum.html</a>
20. - 23.2.2013	Indometal 2013 veletrh	Jakarta, Indonésie	<a href="http://www.indometal.net">www.indometal.net</a>
28. - 30.2.2013	China Iron Ore 2013	Peking, Čína	<a href="http://www.metalbulletin.com/EventDetails/0/5122/China-Iron-Ore-2013.html?LS=%%steelontenet%%">www.metalbulletin.com/EventDetails/0/5122/China-Iron-Ore-2013.html?LS=%%steelontenet%%</a>
26. - 29.3.2013	Mashex Siberia 2013 výstava	Novosibirsk, Rusko	<a href="http://www.sibmetalexpo.com">www.sibmetalexpo.com</a>
14. - 16.5.2013	Stainless 2013	Brno, ČR	<a href="http://www.stainless2013.com">www.stainless2013.com</a>
10. - 12.6.2013	Rolling conferences	Venice, Itálie	<a href="http://www.aimnet.it/rolling2013.htm">www.aimnet.it/rolling2013.htm</a>
8. - 10.10.2013	Wire South America; Turbotech	Sao Paolo, Brazílie	<a href="http://www.messe-duesseldorf.de">www.messe-duesseldorf.de</a>
26. - 31.3.2013	Zuliefermesse, veletrh pro díly, komponenty a technologie	Lipsko, Německo	<a href="http://www.zuliefermesse.de">www.zuliefermesse.de</a>
7. - 8.3.2013	28 <sup>th</sup> Aachener Stahl Kolloquium Metal Forming	Aachen, Německo	<a href="http://www.ask.ibf.rwth-aachen.de">www.ask.ibf.rwth-aachen.de</a>
26. - 28.3.2013	SIFEER 2013 výstava železniční dopravy	Lille, Francie	<a href="http://www.sifer2013.com">www.sifer2013.com</a>
8. - 12.4.2013	HANNOVER MESSE 2013	Hannover, Německo	<a href="http://www.hannovermesse.de">www.hannovermesse.de</a>
16. - 19.4.2013	INDUSTRIE	Lyon, Francie	<a href="http://www.industrie-expo.com">www.industrie-expo.com</a>
22. - 24.4.2013	RESALE 2013 veletrh použité techniky	Stuttgart, Německo	<a href="http://www.resale-germany.com">www.resale-germany.com</a>
22. - 24.4.2013	ESAFORM	Aveiro, Portugalsko	
30. 4. - 2.5.2013	RAILTEX 2013	Londýn, Velká Británie	<a href="http://www.railtex2013.co.uk">www.railtex2013.co.uk</a>
4. - 5.6.2013	New Developmen in Forging Technology	Stuttgart, Německo	<a href="http://www.iwu-stuttgart.de">www.iwu-stuttgart.de</a>
4. - 6.6.2013	SUBCON výstava	Birmingham, Velká Británie	<a href="http://www.subconshow.co.uk">www.subconshow.co.uk</a>
13. - 15.10.2013	ALUMINIUM	Mumbai, Indie	<a href="http://www.aluminium-india.com">www.aluminium-india.com</a>

# hutnictví ve světě

## „Vedoucí úloha“ Číny ve výrobě železa a oceli

<http://www.meps.co.uk/ChinaSteelNews1012.htm>

Čína má dominantní postavení v oblasti hutnictví již 30 let. Mezi r. 1980 a 2011 světová výroba oceli vzrostla o 832 mil. t. Čína se podílela na tomto vzestupu 648 mil. t, tedy 78 %. Ještě výraznější je její role ve výrobě surového železa. V r. 1980 celosvětová výroba byla 498 mil. t surového železa, přičemž Čína produkovala 38 mil. t, tedy 7,7 %. V r. 2011 byla světová výroba 1078 mil. t a Čína vyráběla 630 mil. t, tedy 58,5 %. Pro r. 2012 se očekává, že Čína bude mít na světové výrobě oceli podíl 46 %.

Podmínky, které v Číně působí, se značně liší od většiny ostatních zemí. Většina průmyslu je zde řízena státem. Naproti tomu v mnoha západních zemích byly v 80. a 90. letech minulého století hutě privatizovány, aby se snížila byrokracie a došlo k racionalizaci v tomto sektoru.

Druhý rozdíl je v obchodu. V Číně je velmi vysoký počet firem od velkých organizací až po firmy tvořené jednou osobou, které se zabývají obchodem s ocelí. Následkem toho dochází k vytváření velkých zásob oceli u výrobců i obchodníků. V západních zemích se mnoho oceli dodává přímo nebo prostřednictvím obchodních organizací, které jsou ve vlastnictví výrobců oceli. Menší distributoři se na Západě uplatňují především v případech, kdy je nutné ocelové výrobky dělit nebo jinak upravovat.

LJ

## Největší výrobci oceli v r. 2011

<http://worldsteel.org/statistics/top-producers.html>

Asociace worldsteel (dříve IISI) vydala přehled největších světových výrobců oceli.

Pořadí	Společnost	Roční výroba* (t)
1	ArcelorMittal	97.2
2	Hebei Group (1)	44.4
3	Baosteel Group	43.3
4	POSCO	39.1
5	Wuhan Group	37.7
6	Nippon Steel	33.4

7	Shagang Group	31.9
8	Shougang Group	30
9	JFE	29.9
10	Ansteel Group (2)	29.8
11	Shandong Group	24
12	Tata Steel (3)	23.8
13	United States Steel	22
14	Gerdau	20.5
15	Nucor (4)	19.9
16	ThyssenKrupp	17.9
17	Evraz	16.8
18	Maanshan	16.7
19	Benxi (2)	16.5
20	Hyundai Steel	16.3
21	RIVA Group	16.1
22	Valin Group	15.9
23	Severstal	15.3
24	Metinvest	14.4
25	China Steel Corporation	14
26	SAIL	13.5
27	Sumitomo Metal	12.7
28	IMIDRO	12.6
29	Jianlong Group	12.4
30	MMK	12.2
31	NLMK	12.1
32	Rizhao	11.2
33	Baotou	10.2
34	Jiuquan	10.2
35	Taiyuan	9.9
36	Techint Group	9.5
37	Anyang (1)	9.4
38	Pingxiang	9.1
39	Jinxi	9
40	ISD	8.9

\* V roční výrobě jsou zahrnuty všechny druhy ocelí včetně nerez.

Poznámky k vlastnictví a výpočtu roční výroby: V případě vlastnictví více než 50 % hutě se započítává celá výroba, v případě vlastnického

podílu 30 až 50 % se započítává příslušný podíl, v případě podílu menšího než 30 % se nezapočítává nic.

- (1) Nepočítá se s podílníky, kteří vlastní méně než 30 %.
- (2) Je započtena Panzhihua ale ne Benxi
- (3) Jsou započteny Tata Steel Europe a Tata Steel Ltd
- (4) Je započten podíl v Duferdofin (50 %)

LJ

### Tříproudé odlévání bram v Indii

<http://www.sms-siemag.com/en/5189.html>

Indická firma Essar Steel's uvádí do provozu zařízení CSP pro odlévání bram, které bude prvním zařízením tohoto typu se třemi proudy. V loňském roce byly zprovozněny prvé dva proudy, třetí proud bude dokončen v blízké době. Zařízení má následující parametry:

Výrobnost	3,5 mil t/rok
Tloušťka bram	80 až 65 mm a 70 až 55 mm
Šířka vyválcovaného pásu	850 až 1680 mm
Tloušťka pásu	1,0 až 25,0 mm
Druhy ocelí	uhlíkové oceli včetně ocelí s vysokým obsahem uhlíku, křemíkové oceli, oceli na trubky, DP oceli

Plynulé odlévání je tvořeno dvěma jednoproudými zařízeními typu CSP, každé má mezipánev o obsahu 200 t a metalurgickou délku 8 065 mm se 4 segmenty. Dále jsou zde pece CSP s otočnými převážecími vozy, širokopásová trať se sedmi stolicemi a dvěma navíječkami a další zařízení. Většinu zařízení dodala firma SMS Siemag. Díky této investici firma Essar Steel zvýšila svoji výrobu plochých vývalků.

LJ

### Očekává se rekordní rok ve výrobě nerez oceli

<http://www.meps.co.uk/editorial1012.htm>

Pro rok 2012 se předpovídá, že výroba nerez oceli dosáhne 34 mil. t, což je o 0,8 % více než v předchozím roce. Pro rok 2013 se předpokládá další růst a to na 35 mil. t. Růst celkové výroby i růst průmyslu v Číně zaznamenává zřetelné zpomalení. Výroba nerezavějící oceli se očekává 14,3 mil. t, což představuje 1,1% růst. Výroba nerezavějící oceli v Jižní Koreji byla ve 3. kvartálu snížena, aby se udržela úroveň cen. Proto se zde za celý rok očekává růst jen o 0,7 %. Spotřeba nerezavějící oceli v Japonsku se udržuje na stále úrovni, její export však klesl následkem slabé poptávky v Evropě. Výroba a spotřeba nerezavějící oceli v USA je delší dobu stabilizovaná, v r. 2012

se však očekává pokles 1,6 %. Pro Evropskou unii se odhaduje výroba 7,6 mil. t v r. 2012, tedy mírný růst.

LJ

### Některá statistická data o těžbě uhlí a výrobě oceli

<http://www.worldcoal.org/resources/coal-statistics/coal-steel-statistics/>

Prudký růst výroby oceli v posledních letech je známá skutečnost. Připomeňme si ji v tab. 1.

Tab. 1 Světová výroba oceli v posledních letech

Rok	Výroba (Mt)
2004	1061
2005	1147
2006	1249
2007	1347
2008	1341
2009	1236
2010	1429
2011	1518

Výroba v r. 2011 byl opět rekordní. Prvých deset zemí ve výrobě oceli je v tab. 2.

Tab. 2 Deset zemí s největší výrobou oceli v r. 2011

Pořadí	Výroba (Mt)
Čína	684
Japonsko	108
USA	86
Indie	71
Rusko	69
Jižní Korea	68
Německo	44
Ukrajina	35
Brazílie	35
Turecko	34

K výrobě oceli je zapotřebí uhlí, asi 68 % vyrobené oceli pochází ze surového železa. Celkem se na výrobu železa spotřebuje ročně 716 Mt koksu a práškového uhlí (PCI), což je asi 12 % světové těžby uhlí. Asi 70 % oceli se vyrábí v konvertorech. K tomu je zapotřebí asi 770 kg uhlí na 1 t vyrobené oceli. Další 29 % oceli se vyrábí v elektrických obloukových pecích, většina spotřebované energie pochází z uhlí. Na výrobu 1 t oceli je tak zapotřebí asi 150 kg uhlí.

Spotřeba oceli mezi roky 2001 a 2011 vzrostla o 78 %. Pořadí zemí podle spotřeby oceli je v tab. 3.

Tab. 3 Deset zemí s největší spotřebou oceli v r. 2011

Země	Spotřeba celková (Mt)
Čína	624
Indie	89
USA	68
Japonsko	64
Jižní Korea	56
Rusko	40
Německo	39
Itálie	27
Turecko	27
Brazílie	25



Čína dnes spotřebovává 45,5 % oceli, v r. 2001 to bylo jen 20,5 %. Pokud se však spotřeba vztáhne na jednoho obyvatele, pořadí se značně změní, jak ukazují tab. 4.

Tab. 4 Spotřeba oceli na jednoho obyvatele v r. 2011 v zemích s velkou výrobou oceli

Země	Spotřeba (kg/obyvatele)
Jižní Korea	1157
Taiwan	784
Japonsko	506
Německo	480
Čína	460
Rusko	292
USA	284
Brazílie	123
Indie	57
Svět	215

V tabulce nejsou malé země, v nichž je mnohdy spotřeba oceli na osobu velká. Světová výroba koksu v r. 2011 poklesla o 2,8 % na 276 Mt. Koks představuje na celkovém obchodu s uhlím podíl 24 %. Hlavní údaje o obchodu s koksem jsou v tab. 5 a 6.

Tab. 5 Hlavní země exportující metalurgický koks

Země	Vývoz (Mt)
<b>Austrálie</b>	140
<b>USA</b>	63
<b>Kanada</b>	28
<b>Mongolsko</b>	20
<b>Rusko</b>	14
Čína	3
Česká republika	2.5
Nový Zéland	2.1
Polsko	1.7
Indonézie	0.6

Tab. 6 Hlavní země importující metalurgický koks

Země	Vývoz (Mt)
Japonsko	54
Čína	38
Jižní Korea	32
Indie	19
Brazílie	12
Německo	9
Ukrajina	7
Itálie	5.6
Velká Británie	5.5
Turecko	4.6

Široce se využívá přidávání práškového uhlí (PCI) do vysokých pecí. Jedna tuna práškového uhlí nahradí asi 1,4 t koksu. Požadavky na kvalitu práškového uhlí pro injektování jsou přísnější než požadavky od elektráren. Celosvětová spotřeba tohoto prášku vzrostla z 11 Mt v r. 1990 na 42 Mt v roce 2010. Přehled zemí s největší spotřebou PCI je v tab. 7.

Tab. 7 Země s největší spotřebou PCI

Země	Spotřeba (Mt)
Japonsko	11.6
Jižní Korea	7.7
Německo	3.9
Rusko	3.8
Indie	2.7
Francie	2.4

Ocel je 100% recyklovatelná. Přesné údaje nejsou k dispozici. Odhaduje se, že dnes se recyklovaná ocel podílí na celkové výrobě asi 40 %. V kyslíkových konvertorech se pracuje se 30 % šrotu, elektrické pece používají 90 až 100 % šrotu ve vsázce.

LJ

### Výstavba nového zařízení HBI v Rusku

Metalloinvest to build new HBI production facility. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012 č. 5, s. 17

Ruská firma rozšiřuje na Lebedinském závodě v Gubkinu v Belgorodské oblasti výrobu železa briketovaného za tepla (HBI – Hot Briquetted Iron). Nové zařízení bude mít kapacitu 1,8 mil. t briket za rok a bude největší jednotkou HBI na světě. Zařízení dodávají na klíč firmy Siemens Metals Technologies a Midrex Technologies. Podle International Iron Metallic Association (IIMA) došlo v roce 2011 k velkému nárůstu výroby těchto briket a to o plných 30 %. Výroba HBI pro prodej dosáhla 6,7 mil. t, výroba pro vlastní použití není podchycena.

LJ

### Modernizace pohonů válcovny

Aluminium Norf to modernize drive technology. *Metallurgical Plant and Technology*, 2012, č. 5, s. 14

Firma Aluminium Norf se rozhodla pro modernizaci pohonů na válcovně č. 2 v Neuss. Firma Siemens Metals Technologies vymění konvertorový systém hlavních pohonů za nové cyklokonvertory Sinamics SL150. Jde o dva motory pohánějící předválcovací stolici, čtyři pohony hotovniho pořadí a pohon vertikální stolice. Trať se tím dostane na současnou technickou úroveň. Výměna proběhne během několika odstávek. Stejnoseměrné pohony navíječek a stavěcího systému budou modernizovány až v poslední fázi. Výměna by měla být ukončena v prosinci 2017.

LJ



První hamry v Šindelové se připomínají již po roce 1350 [1]. Vysoká pec je zde doložena od roku 1757. Některé prameny uvádějí založení železáren, tvořících základ dnešní podoby, v roce 1836 nebo 1839 [2, 3]. Jiné prameny uvádějí r. 1627 jako dobu výstavby první vysoké pece, kdy vladaři na tomto jindřichovickém panství byli Nosticové [4]. Současná vysoká pec pochází z roku 1818. V huti se zpracovávala železná ruda z okolí Horní Blatné, Bludné, samotné obce Šindelové a dalších nalezišť. Kromě vysoké pece, k níž přiléhala slévárna a přípravná vsázky, se v areálu nacházela strojovna, v níž pracoval parní stroj jako jeden z prvních v Českých zemích, obydlí

slévače, sklady, budova s bytem huťmistra a opodál kovářská a klempířská dílna se zvonicí, zřízená současně s vysokou pecí. Některé prameny [1] uvádějí, že k pohonu strojů (dmychadlo, výťah a drtící stoupy) bylo ještě použito vodních kol. Z dalších provozů zde pracovala válcovna tenkého plechu, kalírna a hamr. Významné je pocínování, které zde bylo od r. 1860 provozováno jako technický patent a jeho první průmyslové využití v monarchii. K tomu se pak později přidalo pozinkování.

Areál prošel v letech 1858–1859 přestavbou, která mu vtiskla podobu, jejíž žalostné trosky jsou součástí dnešního stavu. Vysoká pec má tvar komolého jehlanu. Vnitřní tavicí prostor je poměrně úzký, klasického profilu. V dolní části jsou dva polokruhové výklenky pro odpich surového železa a zavedení výfučny s dmýchaným vzduchem. Z vysokopecní strusky vyráběla huť stavební tvárnice, které byly mimo jiné použity k vyzdění vysokopecních stěn.

Vysokopecní výroba v Šindelové zanikla v roce 1876. Využití areálu do poloviny 20. století není známo. Po roce 1948 v něm působil státní statek, který přivodil jeho celkovou devastaci. Památkově chráněný objekt, poslední významný doklad historické hutní výroby v Krušnohoří, dodnes chátrá.



VM a red.

#### Literatura

- [1] Dvořáková, Dita: *Industriální topografie–Karlovarský kraj*. Praha: ČVUT v Praze–Výzkumné centrum průmyslového dědictví, ČKAIT & ČSSI, Sdružení historických sídel Čech, Moravy a Slezska, 2011, 224 s. ISBN 978-80-01-04919-8
- [2] <http://cestovani.kr-karlovarsky.cz/cz/pronavstevniky/Clove>
- [3] <http://youtube.com/watch?v=Uq0MELgjFOo>
- [4] <http://www.zanikleobce.cz/index.php?detail=108647>